

PCT/JP 00/03501

31.05.00

日本国特許庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

REC'D 27 JUL 2000	
WIPO	PCT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed
with this Office.

09/744888

とす

出願年月日
Date of Application:

1999年 5月31日

出願番号
Application Number:

平成11年特許願第153105号

出願人
Applicant(s):

高橋 研

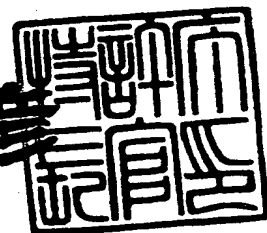
PRIORITY
DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2000年 6月29日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

近藤 隆彦



出証番号 出証特2000-305195

【書類名】 特許願

【整理番号】 J78476A1

【提出日】 平成11年 5月31日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 G11B 5/66

【発明の名称】 磁気記録媒体用基板と磁気記録媒体およびその製造方法
と磁気記録装置

【請求項の数】 22

【発明者】

 【住所又は居所】 宮城県仙台市太白区人來田 2 丁目 2 0 - 2

 【氏名】 高橋 研

【特許出願人】

 【識別番号】 592259129

 【氏名又は名称】 高橋 研

【代理人】

 【識別番号】 100064908

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 志賀 正武

【選任した代理人】

 【識別番号】 100108578

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 高橋 詔男

【選任した代理人】

 【識別番号】 100089037

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 渡邊 隆

【選任した代理人】

 【識別番号】 100101465

 【弁理士】

【氏名又は名称】 青山 正和

【選任した代理人】

【識別番号】 100094400

【弁理士】

【氏名又は名称】 鈴木 三義

【選任した代理人】

【識別番号】 100106493

【弁理士】

【氏名又は名称】 松富 豊

【選任した代理人】

【識別番号】 100107836

【弁理士】

【氏名又は名称】 西 和哉

【選任した代理人】

【識別番号】 100108453

【弁理士】

【氏名又は名称】 村山 靖彦

【選任した代理人】

【識別番号】 100100077

【弁理士】

【氏名又は名称】 大場 充

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 008707

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 磁気記録媒体用基板と磁気記録媒体およびその製造方法と磁気記録装置

【特許請求の範囲】

【請求項1】 非磁性基板がNiと共析可能で酸素と親和力の高い金属を含む非磁性の被覆膜で被覆されてなることを特徴とする磁気記録媒体用基板。

【請求項2】 前記非磁性基板が、Co、W、Fe、V、Cr、Mn、Cu、Zn、Mo、Pd、Sn、Re、Al、Zr、B、Tiの中から選択される1種または2種以上を含有する非磁性の被覆膜で被覆されてなることを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体用基板。

【請求項3】 前記非磁性基板が、下地膜と磁性膜と保護膜とが被覆されるものであり、磁気ヘッドが対向状態で浮上走行されるものであることを特徴とする請求項1または2記載の磁気記録媒体用基板。

【請求項4】 前記非磁性の被覆膜が、Ni-P-Co系非晶質膜、Ni-Ta-Co系非晶質膜、または、Ni-Ti-Co系非晶質膜のいずれかであることを特徴とする請求項1または請求項3のいずれかに記載の磁気記録媒体用基板。

【請求項5】 前記非磁性の被覆膜が、NiCoPMなる組成式（ただし、元素Mは、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Mo、Ta、W、Al、Bのうち、1種または2種以上の元素からなる）で示されることを特徴とする請求項1または請求項3のいずれかに記載の磁気記録媒体用基板。

【請求項6】 前記非磁性の被覆膜にCoが0.003～0.10wt.%含有されてなることを特徴とする請求項1、3、4または5に記載の磁気記録媒体用基板。

【請求項7】 前記非磁性の被覆膜の表面部分に酸素が間欠的に吸着されてなることを特徴とする請求項1～6のいずれかに記載の磁気記録媒体用基板。

【請求項8】 非磁性体からなる基板と該基板上に形成された非磁性の被覆膜と下地膜と磁性膜と保護膜とが具備されてなり、前記被覆膜にNiと共析可能で酸素と親和力の高い金属が含有されてなることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項9】 前記非磁性基板が、Co、W、Fe、V、Cr、Mn、Cu

、Zn、Mo、Pd、Sn、Re、Al、Zr、B、Tiの中から選択される1種または2種以上を含有する非磁性の被覆膜で被覆されてなることを特徴とする請求項8記載の磁気記録媒体。

【請求項10】 前記非磁性の被覆膜が、Ni-P-Co系非晶質膜、Ni-Ta-Co系非晶質膜、または、Ni-Ti-Co系非晶質膜であることを特徴とする請求項8記載の磁気記録媒体。

【請求項11】 前記非磁性の被覆膜が、NiCoPMなる組成式（ただし、元素Mは、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Mo、Ta、W、Al、Bのうち、1種または2種以上の元素からなる）で示されることを特徴とする請求項8記載の磁気記録媒体。

【請求項12】 前記被覆膜の表面に吸着された酸素が強磁性結晶粒の粗大化を抑制するピン止め点とされてなることを特徴とする請求項8～11のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項13】 前記Coを含有する非磁性の被覆膜の表面部分に酸素が間欠的に吸着され、前記酸素が吸着された部分が前記下地膜を構成する結晶粒の粒界に位置され、前記下地膜を基にして前記磁性膜がエピタキシャル成長されてなることを特徴とする請求項8～12のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項14】 前記非磁性の被覆膜にCoが0.003～0.10wt.%含有されてなることを特徴とする請求項8、10、11、12、13または14に記載の磁気記録媒体。

【請求項15】 基板と、基板上に形成された被覆膜と、下地膜と、磁性膜と、保護膜とが具備されてなり、前記磁性膜が、その磁性膜の主要部を構成する強磁性結晶粒の平均結晶粒径値の2倍を超える粒径の粗大強磁性結晶粒を有しない構造とされたことを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項16】 基板と被覆膜と下地膜と磁性膜と保護膜とを有する磁気記録媒体の製造方法において、前記基板上の被覆膜上に下地膜を形成するに際し、成膜室を 3×10^{-9} Torr以下の減圧雰囲気とした後に水分を1ppb以下とした高純度Arガスを導入してドライエッチングにより被覆膜表面部分を清浄化した後、成膜室に 1×10^{-6} Torr以下になるように酸素を導入して被覆膜表面に酸素

を吸着させ、その後に下地膜を成膜することを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 17】 基板と被覆膜と下地膜と磁性膜と保護膜とを有する磁気記録媒体の製造方法において、前記被覆膜として Ni と共析可能で酸素と親和力の高い金属を含有するものを用い、前記基板上の被覆膜上に下地膜を形成するに際し、成膜室を 3×10^{-9} Torr 以下の減圧雰囲気とした後に水分を 1 p p b 以下とした高純度 Ar ガスを導入してドライエッチングにより被覆膜表面部分を清浄化した後、成膜室に 1×10^{-6} Torr 以下になるように酸素を導入して被覆膜表面に酸素を吸着させ、その後に下地膜を成膜し、下地膜上に磁性膜を成膜することを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 18】 前記下地膜として Cr を含む金属下地膜を用いることを特徴とする請求項 16 または 17 に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 19】 前記被覆膜として、Ni-P-Co 系非晶質膜、Ni-Ta-Co 系非晶質膜、または、Ni-Ti-Co 系非晶質膜を用いることを特徴とする請求項 17 ～ 18 のいずれかに記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 20】 前記被覆膜表面に酸素を吸着する場合の酸素暴露量として 3.5 ラングミュア以下とすることを特徴とする請求項 16 ～ 19 のいずれかに記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 21】 前記被覆膜に含有される Co を 0.003 ～ 0.10 wt. % の範囲とすることを特徴とする請求項のいずれかに記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 22】 請求項 8 ないし請求項 15 のいずれかに記載の磁気記録媒体と、前記磁気記録媒体を駆動する駆動部と、磁気ヘッドと、前記磁気ヘッドを前記磁気記録媒体に対して相対移動させる移動手段とを具備してなることを特徴とする磁気記録装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、非磁性基板を非磁性の膜で被覆した構造の磁気記録媒体用基板とそ

れを備えた磁気記録媒体およびその製造方法と磁気記録装置に係り、より詳細には、基板表面に設ける被覆膜を特別なものとする技術と、基板表面に酸素を吸着させる技術を利用することで、基板に形成される磁性膜の特性向上を図ることができる磁気記録媒体用基板と磁気記録媒体およびその製造方法と磁気記録装置に関するもので、本発明に係る磁気記録媒体は、ハードディスク等に好適に用いられる。

【0002】

【従来の技術】

磁性膜を有する磁気記録媒体の高記録密度化を実現するためには、低ノイズ化の観点から、磁性膜厚を低減すること、並びに、強磁性結晶粒の微細化が必要とされている。

【0003】

磁性膜の膜厚を低減することで、ある程度強磁性結晶粒径の減少をなし得ることが知られているが、微細組織形成や熱擾乱を考慮する上での強磁性結晶粒の体積などの観点から、磁性膜厚の低減には限界を有する問題がある。従って、磁性膜の膜厚を変化させることなく強磁性結晶粒径を低減する必要性があると思われる。

【0004】

また、従来から、図26と図27に示すように、Al合金あるいはガラスからなる非磁性の基板52の表面に、Ni-Pなどの被覆膜53を形成し、この被覆膜53上にCr、Cr合金などの金属からなる下地膜54を形成し、その上に、CoCrTa系あるいはCoCrTaPt系などの磁性膜55と、アモルファスカーボンの保護膜56を形成した磁気記録媒体50が広く知られている。ここで、金属の下地膜54の厚さは、例えば10～50nmにされるとともに、磁性膜55の厚さは例えば10～30nmとされ、保護膜56の厚さは例えば10～30nmとされている。更に、下地膜54は磁性膜55の結晶配向性を整えて磁気特性を向上させるための目的と、磁性膜55の粒径を制御するためなどの目的に設けられている。

【0005】

ところで、応用物理第65巻第12号（1996年、12月刊行）において、発表題目、ウルトラクリーンプロセスと薄膜磁気記録媒体として記載されている本発明者の研究報告によれば、CoNiCr合金の磁性膜であれば、本来ならば理想的な等方的保磁力（ H_c ）で3000 Oe程度、CoNiTa合金の磁性膜であれば、本来ならば理想的な等方的保磁力で2500 Oe程度の値を示すはずであると思われる。

ところが、従来の一般的なスパッタ法で製造されるこれらの磁性膜は、成膜時の基板温度の管理や基板に負のバイアスを印加するなどの種々の手法を採用してプロセスの改善を行なったとしても、磁性膜の強磁性結晶粒の粒界のCrの偏析を良好にすることができないなどの理由から、CoNiCr合金の磁性膜において1200 Oe程度の保磁力、CoNiTa合金の磁性膜において1800 Oe程度の保磁力しか発揮できないという問題があった。

ここで、磁性膜として理想的な1つの構造は、磁性を担う強磁性結晶粒が十分に微細化され、強磁性結晶粒の粒界に非磁性の粒界層を存在させて強磁性結晶粒どうしが分離独立され、強磁性結晶粒どうしの間での磁氣的交換相互作用の低減がなされた構造であると考えられる。従って前述の組成系の磁性膜にあっては、強磁性結晶粒の粒界にCrが効率よく析出されて偏析されることが重要と思われる。

【0006】

また、結晶粒界のCrの偏析を良好にすることができないという理由から、従来の製造方法で得られたこの種の磁性膜の強磁性結晶粒の粒径は、ばらつきが大きいとともに、S/N比の低下や熱擾乱による記録の消失といった問題を有していた。更に、磁性膜中の強磁性結晶粒の粒径のばらつきが大きいということは、多数の強磁性結晶粒の中に、粒径の大きな結晶粒が相当数含まれていることを意味するが、粒径の大きな強磁性結晶粒が存在していると、磁気記録媒体として見た場合に媒体ノイズが大きいことを意味し、S/N比の低下につながる問題がある。

【0007】

以上のような背景に鑑み、本発明者は、応用物理、第68巻、第2号（199

9 年、2 月) において、高密度薄膜磁気記録媒体の物理と題して、結晶粒界の Cr 偏析を阻害するのは、スパッタ時の不純物酸素であるとの研究報告を行なっている。

以上のこれらの研究報告と研究成果の過程の中で本発明者らは、特公平 2 8 0 6 4 4 3 号、特開平 9 - 1 3 8 9 3 4 号などにおいて、磁性膜の酸素濃度を 1 0 0 w t p p m 以下に制限することができるウルトラクリーンプロセスの提案を行なっている。

ウルトラクリーンプロセス (Ultra Clean Process) とは、成膜室の到達真空度を従来の一般的なスパッタ装置の 1×10^{-7} Torr レベルから 3×10^{-9} Torr レベルに高めるとともに、成膜室に導入する高純度 Ar ガス中の水等の不純物濃度を通常の高純度 Ar ガスのレベルよりも 2 桁少ない 1 p p b レベルに低減することを主体とするプロセスであって、従来よりも格段に優れた磁気特性を有する磁性膜を製造することができるプロセスである。このウルトラクリーンプロセスの採用により、CoNiCr 合金の磁性膜において等方的な保磁力で 2 0 0 0 O e の値、CoCrTa 合金の磁性膜において等方的な保磁力で 2 3 0 0 O e の値を引き出すことができるようになってきている。

【0 0 0 8】

【発明が解決しようとする課題】

上述のウルトラクリーンプロセスの採用によって、磁性膜の磁性結晶粒界の Cr などの偏析を良好にすることができるようになり、磁性膜の本来有する保磁力を引き出すことができるようになってきてはいるが、磁気記録媒体に更なる高密度化のニーズが高まった場合、現状の磁性膜の強磁性結晶粒の粒径の均一化は必ずしも十分ではない問題がある。

【0 0 0 9】

本発明は、磁性膜が形成されるべき磁気記録媒体用基板において、形成するべき磁性膜の結晶粒を微細化できると同時に、粒径分布の範囲を狭くすることができ、低ノイズ化することが可能な磁気記録媒体用基板を提供することを目的の 1 つとする。

本発明は、磁性膜の結晶粒を微細化できると同時に、粒径分布の範囲を狭くす

ることができ、低ノイズ化することが可能で保磁力も高い磁気記録媒体を提供することを目的の1つとする。

本発明は、磁性膜の結晶粒を微細化できるとともに、粒径分布の範囲を狭くして低ノイズ化をすることが可能で保磁力も高い磁気記録媒体を製造する方法を提供することを目的の1つとする。

本発明は、磁性膜の結晶粒を微細化できるとともに、粒径分布の範囲を狭くして低ノイズ化をすることが可能で保磁力も高い磁気記録媒体を備えた磁気記録装置を提供することを目的の1つとする。

【0010】

【課題を解決するための手段】

本発明の磁気記録媒体用基板は前記事情に鑑みてなされたもので、非磁性基板がNiと共析可能で酸素と親和力の高い金属を含む非磁性の被覆膜で被覆されてなることを特徴とする。

本発明は、前記非磁性基板が、Co、W、Fe、V、Cr、Mn、Cu、Zn、Mo、Pd、Sn、Re、Al、Zr、B、Tiの中から選択される1種または2種以上を含有する非磁性の被覆膜で被覆されてなることを特徴とする。

更に本発明として、前記非磁性基板が、下地膜と磁性膜と保護膜とが被覆されるものであり、磁気ヘッドが対向状態で浮上走行されるものに適用することができる。

本発明は、前記非磁性の被覆膜が、Ni-P-Co系非晶質膜、Ni-Ta-Co系非晶質膜、または、Ni-Ti-Co系非晶質膜のいずれかであることを特徴とする。

【0011】

本発明は、前記非磁性の被覆膜が、NiCoPMなる組成式（ただし、元素Mは、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Mo、Ta、W、Al、Bのうち、1種または2種以上の元素からなる）で示されることを特徴とする。

更に本発明において、前記非磁性の被覆膜にCoが0.003～0.10wt.%含有されてなることを特徴とするものでも良い。

基板上の被覆膜にCoなどのようにNiと共析可能であって酸素と親和力の高

い金属を添加していると、被覆膜上に形成される下地膜の結晶粒径の制御が可能となり、下地膜上に形成される磁性膜の結晶粒径の制御も可能となる。

【0012】

被覆膜表面に吸着された酸素はその上に形成される下地膜の結晶粒の粗大化の抑制点、ピンニングポイントとして作用し、下地膜の結晶粒を微細化する。この下地膜上に磁性膜を形成すると、下地膜の微細な結晶粒に対してエピタキシャル成長しながら磁性膜が生成するので、磁性膜の結晶粒も微細化される。その結果として結晶粒の微細化された、粒径分布の狭い、低ノイズ化された磁性膜を得ることができる。

【0013】

本発明の磁気記録媒体は前記事情に鑑みてなされたもので、非磁性体からなる基板と該基板上に形成された非磁性の被覆膜と下地膜と磁性膜と保護膜とが具備されてなり、前記被覆膜にNiと共析可能で酸素と親和力の高い金属が含有されてなることを特徴とする。

【0014】

基板上の被覆膜表面に吸着された酸素はその上に形成された下地膜の結晶粒の粗大化の抑制点、ピンニングポイントとして作用し、被覆膜上に形成された下地膜の結晶粒を微細化する。この下地膜上に形成された磁性膜は、下地膜の微細な結晶粒に対してエピタキシャル成長しながら生成されるので、磁性膜の結晶粒も微細化される。その結果として結晶粒の微細化された、粒径分布の狭い、低ノイズ化された磁性膜を備えた磁気記録媒体が得られる。

【0015】

本発明において前記非磁性基板が、Co、W、Fe、V、Cr、Mn、Cu、Zn、Mo、Pd、Sn、Re、Al、Zr、B、Tiの中から選択される1種または2種以上を含有する非磁性の被覆膜で被覆されてなることを特徴とする。

本発明は、前記Coを含有する非磁性の被覆膜の表面部分に酸素が間欠的に吸着され、前記酸素が吸着された部分が前記下地膜を構成する結晶粒の粒界に位置され、前記下地膜を基にして前記磁性膜がエピタキシャル成長されてなることを特徴とする。

前記被覆膜の表面に吸着された酸素が強磁性結晶粒の粗大化を抑制するピン止め点とされてなることを特徴とする。

本発明は、平均結晶粒径値の2倍を超える粒径の粗大結晶粒を有しない磁性膜が備えられたことを特徴とする。

前記非磁性の被覆膜にCoが0.003～0.10wt.%含有されてなることを特徴とする。

【0016】

本発明の磁気記録媒体において、前記Coを含有する非磁性の被覆膜が、Ni-P-Co系、Ni-Ta-Co系、または、Ni-Ti-Co系の非晶質の膜であることが好ましい。

更に前記非磁性の被覆膜が、NiCoPMなる組成式（ただし、元素Mは、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Mo、Ta、W、Al、Bのうち、1種または2種以上の元素からなる）で示される構成とすることもできる。

【0017】

本発明の磁気記録媒体は、前記Coを含有する非磁性の被覆膜の表面部分に酸素が間欠的に吸着され、前記酸素が吸着された部分が前記下地膜を構成する結晶粒の粒界に位置され、前記下地膜を基にして前記磁性膜がエピタキシャル成長されてなることを特徴とする。

【0018】

本発明の磁気記録媒体は、前記被覆膜の表面に吸着された酸素が強磁性結晶粒の粗大化を抑制するピン止め点とされてなる。更に、前記非磁性の被覆膜にCoが0.003～0.10wt.%含有されてなることが好ましい。

【0019】

本発明の磁気記録媒体は、基板と、被覆膜と、下地膜と、磁性膜と、保護膜を具備し、磁性膜の主要部を構成する強磁性結晶粒の平均結晶粒径値の2倍を超える粒径の粗大強磁性結晶粒が存在しない磁性膜が備えられたことを特徴とする。

平均結晶粒径の2倍を超える粒径の粗大強磁性結晶粒を有しない磁性層は、従来得られておらず、このような粗大強磁性結晶粒を有しない磁性膜であれば、磁気記録媒体としての低ノイズ化が確実になされる。

【0020】

本発明の磁気記録媒体は、基板と被覆膜と下地膜と磁性膜と保護膜とを有する磁気記録媒体の製造方法において、前記基板上の被覆膜上に下地膜を形成するに際し、成膜室を 3×10^{-9} Torr以下の減圧雰囲気とした後に水分を 1 p p b 以下とした高純度 Ar ガスを導入してドライエッチングにより被覆膜表面部分を清浄化した後、成膜室に 1×10^{-6} Torr以下になるように酸素を導入して被覆膜表面に酸素を吸着させ、その後に下地膜を成膜し、下地膜上に磁性膜を成膜することを特徴とする。

【0021】

成膜室を 3×10^{-9} Torr以下の減圧雰囲気とした後に水分を 1 p p b 以下とした高純度 Ar ガスを導入してドライエッチングを施し、その被覆膜上に 1×10^{-6} Torr以下の圧力になるように導入した酸素を吸着すると、ドライエッチングにより被覆膜表面を完全に清浄化できるとともに、その清浄化された被覆膜表面に 1×10^{-6} Torr以下の圧力になるように酸素を導入して酸素暴露すると被覆膜表面に酸素が物理的に吸着されて酸素が存在するサイトが生成されることが考えられる。

このサイトを有する被覆膜上に下地膜を形成すると、下地膜の結晶粒を微細化することができる。下地膜の結晶粒を微細化できることから、その上に形成される磁性膜の強磁性結晶粒も微細化することができる。また、被覆膜上に吸着された酸素のサイトを利用した結晶粒粗大化抑制機能であるならば、磁性膜を構成する強磁性結晶粒の粒径分布を狭い範囲とすることができ、粗大化された結晶粒の数を少なくできるので、低ノイズ化した磁性膜を得ることができる。

【0022】

本発明の製造方法は、基板と被覆膜と下地膜と磁性膜と保護膜とを有する磁気記録媒体の製造方法において、前記被覆膜として Co を含有するものを用い、前記基板上の被覆膜上に下地膜を形成するに際し、成膜室を 3×10^{-9} Torr以下の減圧雰囲気とした後に水分を 1 p p b 以下とした高純度 Ar ガスを導入してドライエッチングにより被覆膜表面部分を清浄化した後、成膜室に 1×10^{-6} Torr以下になるように酸素を導入して被覆膜表面に酸素を吸着させ、その後に下地膜を成膜することを特徴とする。

【 0 0 2 3 】

本発明は、前記下地膜としてCrを含む金属下地膜を用いることを特徴とすることが好ましい。

本発明は、前記被覆膜として、Ni-P-Co系非晶質膜、Ni-Ta-Co系非晶質膜、または、Ni-Ti-Co系非晶質膜を用いることを特徴とすることが好ましい。

【 0 0 2 4 】

本発明は、前記被覆膜表面に酸素を吸着する場合の酸素暴露量として3.5ラングミュア以下とすることが好ましい。

本発明は、前記被覆膜に含有させるCoを0.003～0.10wt.%の範囲とすることを特徴とする。

本発明は、先のいずれかに記載の磁気記録媒体と、前記磁気記録媒体を駆動する駆動部と、磁気ヘッドと、前記磁気ヘッドを前記磁気記録媒体に対して相対移動させる移動手段とを具備してなることを特徴とする。

本発明において、前記磁気ヘッドの再生部が磁気抵抗効果型磁気素子からなることを特徴とする。

【 0 0 2 5 】

【発明の実施の形態】

図1は本発明に係る磁気記録媒体をコンピュータのHDD（ハードディスク）に適用した一実施形態の断面構造を示すもので、この実施形態の磁気記録媒体60は、円盤状の非磁性体からなる基板62上に非磁性の被覆膜63を形成してなる基体61を有し、この基体61上に金属の下地膜64を介して強磁性金属の磁性膜（磁気記録層）65と保護膜66とを積層してなる構造とされている。

なお、図1に示す本実施形態の磁気記録媒体60の積層構造は、最も一般的なHDDの積層構造であるので、基板62と保護膜66との間に他の中間層を必要に応じて設けた構造としても良く、保護膜66の上にフッ素系樹脂などの潤滑層を設けた構造としても良いのは勿論である。

【 0 0 2 6 】

本実施形態の磁気記録媒体60は、基体61の被覆膜63上に金属の下地膜6

4 を介して強磁性金属の磁性膜 6 5 が形成されてなる磁気記録媒体において、被覆膜 6 3 に好適な範囲の微量の添加元素が添加されてなるものである。この添加元素としては N i と共析させることが可能で酸素との親和力が高い元素が好ましく、具体的には、C o、W、F e、V、C r、M n、C u、Z n、M o、P d、S n、R e、A l、Z r、B、T i の中から選択される 1 種または 2 種以上を示す。ただし、これらの元素の中でも N i との共析が容易で酸素との親和力が高い C o が最も好ましい。

【 0 0 2 7 】

以下、本発明の実施形態の磁気記録媒体 6 0 を更に詳細に説明する。

(基体)

本発明に係る基体 6 1 としては、例えば、アルミニウムとその合金あるいは酸化物、チタンとその合金あるいは酸化物、またはシリコン、ガラス、カーボン、セラミック、プラスチック、樹脂およびそれらの複合体からなる基板 6 2 の表面に、異種材質の非磁性の被覆膜 6 3 をスパッタ法、蒸着法、めっき法等の成膜法により表面コーティング処理を行ったものを例示することができる。

【 0 0 2 8 】

基体 6 1 の表面に設けた非磁性の被覆膜 6 3 は、高温で磁化せず、導電性を有し、機械加工などがしやすい反面、適度な表面硬度をもっている材料からなることが好ましい。このような条件を満たす非磁性膜としては、特にメッキ法により作製された N i - P の非晶質薄膜、N i - T a 膜、あるいは N i - T i 膜が好ましい。本発明においては、これらの組成系の膜に対して、先の添加元素を 0 . 1 0 w t . % 以下の割合で、より好ましくは 0 . 0 0 3 ~ 0 . 0 3 w t . % の範囲、最も好ましくは 0 . 0 0 3 ~ 0 . 0 2 w t . % の範囲で添加することが好ましい。

これらの中でも N i - P の非晶質薄膜は、高温で磁化しにくく、導電性を有し、機械加工などがしやすい反面、適度な表面硬度をもっている材料として広く用いられているので、N i - P の非晶質薄膜あるいはその非晶質薄膜に所定量の C o などの添加元素を添加してなる非晶質薄膜を用いることが好ましい。

【 0 0 2 9 】

基体 6 1 の形状としては、ディスク用途の場合、ドーナツ円盤状のものが使わ

れる。後述する磁性膜等を設けた基体、即ち磁気記録媒体は、磁気記録および再生時、円盤の中心を軸として、例えば3600～15000rpmの速度で回転させて使用する。この時、磁気記録媒体の表面または裏面の上空を磁気ヘッドが0.1 μ m程度の高さ、あるいは数10nmの高さをもって浮上走行する。また、更に低浮上の場合、10nm程度の高さをもって浮上走行する磁気ヘッドの開発もなされている。

従って、基体51としては、表面または裏面の平坦性、表裏両面の平行性、基体円周方向のうねり、および表裏面の粗さが適切に制御されたものが望ましい。

【0030】

また、基体が回転／停止する場合には、磁気記録媒体と磁気ヘッドの表面どうしが接触および摺動する(Contact Start Stop, CSSと称する)ようになっている。この対策として、基体の表面には、同心円状の軽微なキズ(テクスチャ)をダイヤモンドスラリーやテープによる研磨により形成して磁気ヘッドの接触時の吸着を防止する場合もある。

【0031】

テクスチャーについては図27に示す従来構造に示す如くNi-Pの非磁性膜53の上面に研磨紙を当ててキズを付けることでV字溝型に形成することが一般的になされているので、本実施形態の構造においてもNi-Pなどからなる被覆膜63の表面にテクスチャーを形成しても良い。また、ダイヤモンドスラリーやテープによる研磨によるテクスチャーに代わるものとして、レーザ加工によるテクスチャー、スパッタリングによる離散的な凹凸膜テクスチャー、保護膜のエッチングによる凹凸型のテクスチャーなどを形成した構造も知られているのでこれらの構造を採用し、被覆膜63の上面に所望の形状の凹凸などを形成しても良いのは勿論である。更にまた、最近ではロード、アンロード方式で磁気ヘッドを磁気記録媒体の外側に待機させる方式のものも登場しているので、このような方式を採用する場合はテクスチャーを省略する構成とすることもできる。

【0032】

(金属下地膜)

本実施形態で用いられる金属の下地膜64としては、例えばCrおよびその合

金が挙げられる。合金とする場合は、例えば、Mo、W、Ti、V、Nb、Ta等との組み合わせが用いられ、より具体的にはCrMo合金、CrW合金、CrTi合金、CrV合金等が適用され、その厚さは2.5～50nmの範囲とされることが好ましい。

特に、Crは、後述する強磁性金属磁性膜65に対して偏析作用を起こすことから好ましい。また、量産的にも多用されており、成膜方法としてスパッタ法、蒸着法等が用いられる。この金属下地膜64の役割は、その上にCo基合金からなる強磁性金属の磁性膜65を設けたとき、磁性膜65の磁化容易軸が基板面内方向を取るように、即ち、基板面内方向の保磁力が高くなるように、磁性膜65の結晶成長を促すことである。

なお、基板としてガラス基板を用いる場合に、Ni-Alシード層を金属下地膜の更に下に設けても良い。

【0033】

Crなどからなる金属の下地膜64をスパッタ法で作製する場合、その結晶性を制御する成膜因子としては、基体の表面形状、表面状態、若しくは表面温度、成膜時のガス圧、基体に印加するバイアス、および、形成する膜厚等が挙げられる。

後述する強磁性金属の磁性膜65の保磁力はCrの膜厚に比例して高くなる傾向にあるが、それに伴い媒体の表面粗さも増大する傾向になる。しかしながら、記録密度を向上するためには、磁気ヘッドの磁気記録媒体表面からの浮上量を出来る限り小さくすることが求められる。従って、金属の下地膜64の膜厚が薄くても高い保磁力が得られる材料からなる金属の下地膜64が好適である。

【0034】

また、本発明の磁気記録媒体60においては、非晶質の被覆膜63の上面においてCo原子が存在する部分に多数の酸素が間欠的に吸着され、これら多数の吸着点63a（図1（b）参照）がその上に形成される下地膜64の結晶粒界に位置される組織であることが1つの理想的な組織のモデル形態となる。即ち、図1（b）に示すように下地膜64を構成する結晶粒64aの粒界64bの位置が好ましくは先の吸着点63aに一致されている組織が1つのモデル形態となる。

【0035】

ここで被覆膜 63 の上面に位置する Co に吸着されて間欠的に存在する多数の酸素は、下地膜 64 の結晶粒 64 a の粗大化を抑制するピンニングポイントとして機能する。従って図 1 (b) に示すように理想的には下地膜 64 の結晶粒 64 a の粒界 64 b と酸素の吸着点 63 a は位置が合うが、全部の結晶粒 64 a が酸素の吸着点 63 a に位置が合うわけではなく、酸素の吸着点 63 a を超えて粗大化する結晶粒 64 a も一部存在するので、図 1 (b) に示すような理想的な組織が全てではないが、図 1 (b) に示す構造が理想的なモデルの一形態となる。

また、酸素の吸着点 63 a が結晶粒 64 a の粗大化を抑制することから、酸素の吸着点 63 a を超えて結晶成長してから初めて結晶成長が抑制されて結晶粒の微細化に至る過程も存在するので、酸素の吸着点 63 a の中間点において結晶粒 64 の粒界が位置するモデル組織も他の 1 つのモデル形態として考えられる。

なお、図 1 (b) においては、理解を容易とするために、結晶粒 64 a の周囲の粒界 64 b の幅を狭く描いたが、実際の組織では結晶粒 64 a の周囲に結晶粒 64 a の数分の 1 程度の幅あるいはそれよりも広い幅をもった粒界が存在する。

【0036】

(強磁性金属磁性膜)

本実施形態で用いられる前記強磁性金属の磁性膜 65 は、この種の磁気記録媒体用の磁性膜として広く知られている、CoCrTa 系、CoCrTaPt 系、CoCrNi 系、CoNiCrTaPt 系などの強磁性金属材料からなるものが用いられ、その厚さは好ましくは 10～30 nm の範囲とされる。

また、この磁性膜 65 として、3 元系強磁性合金磁性膜の 1 種である、一般式 $\text{Co}_x\text{Cr}_y\text{Ge}_z$ で示され、組成比を示す x 、 y 、 z が、 $78 \leq x \leq 87$ 、 $2.5 \leq y \leq 14.5$ 、 $3.5 \leq z \leq 15$ 、 $x + y + z = 100$ (ただし、 x 、 y 、 z は原子%による組成比を示す) なる関係を満足する組成の磁性膜を適用することもできる。この 3 元系強磁性合金磁性膜は本発明者が特願平 11-135038 号特許 (1999 年 5 月 14 日出願) において提案した材料であり、従来材料には見られない優れた磁気特性を有するものである。

【0037】

(磁気記録媒体における高記録密度化)

本発明における磁気記録媒体 6 0 は、上述した強磁性金属磁性膜 6 5 の膜面に対し、平行に記録磁化を形成する磁気記録媒体（面内磁気記録媒体）とすることが好ましい。このような磁気記録媒体では、記録密度を向上するために、記録磁化の更なる小型化を図る必要がある。

この記録磁化の小型化は、各記録磁化の漏れ磁束を減少させるため、磁気ヘッドにおける再生信号出力を小さくする。従って、隣接する記録磁化の影響と考えられている媒体ノイズを更に低減することが望まれる。

【 0 0 3 8 】

以下に以上のような構成の磁気記録媒体を製造する場合について説明する。

非磁性のアルミニウムなどの基板を用意したならばその基板を脱脂、エッチング、ジンケート処理した後、メッキ液（商品名メルテックス N i - 4 2 2 等）に硫酸コバルトを添加したメッキ液を用いて基板上に N i C o P メッキを施して基板上に C o を規定量含有する N i - P の被覆膜を形成し、これを 2 5 0 ° C 程度に加熱して膜中のガス抜きを行なう熱処理を施して被覆膜付きの基板を得る。

ここで用いるメッキ液中の C o 濃度を 3 0 ~ 1 0 0 0 p p m の範囲に調節することで N i - P の内部に含有させる C o 量を 0 . 0 0 3 ~ 0 . 1 0 w t . % の範囲に容易に調整することができる。例えば、C o のメッキ浴に 1 0 p p m の C o を添加することで 0 . 0 0 1 w t . % の膜が得られ、メッキ浴に 3 0 p p m の C o を添加することで 0 . 0 0 3 w t . % の膜が得られ、メッキ浴に 1 0 0 p p m の C o を添加することで 0 . 0 4 w t . % の膜が得られ、メッキ浴に 2 0 0 p p m の C o を添加することで 0 . 0 8 w t . % の膜が得られ、メッキ浴に 3 0 0 p p m の C o を添加することで 0 . 1 3 w t . % の膜が得られ、メッキ浴に 1 0 0 0 p p m の C o を添加することで 0 . 4 0 w t . % の膜が得られる。

なお、本発明において、C o を含有していない被覆膜に対して後述の処理を施すことによっても優れた磁気記録媒体を得ることができるので、その製造方法についても同時に並行して説明する。

【 0 0 3 9 】

なお、先の被覆膜を備えた基板を形成する場合、基板表面を脱脂、エッチング

、ジンケート処理して清浄化したが、その他に知られている基板表面の一般的な清浄化法で清浄化しても良いのは勿論である。更に、NiCoPメッキを形成する場合に先のメッキ浴を用いたが、他の組成のメッキを施す場合は、必要な組成のメッキ浴を使用するのは勿論である。また、被覆膜を形成する場合にメッキ法以外にスパッタ法、真空蒸着法、CVD法などの各種成膜法を用いても良いのは勿論である。

【0040】

次に、被覆膜付きの基板をスパッタ装置などの成膜装置の成膜室に投入し、内部を真空引きして好ましくは到達真空度 3×10^{-9} Torr 程度の高真空に調整した後、水等の不純物濃度を 1 p p b 以下に調整した高純度 Ar ガスを導入し、更に数 mm Torr、例えば 2 m Torr になるように成膜室に高純度 Ar ガスを導入し、スパッタエッチング（ドライエッチング）を施して被覆膜の表面の清浄化を行なう。このスパッタエッチングの時間は数秒～数 10 秒程度、出力数百 W、例えば 200 W の出力で行なうことができる。

【0041】

ここで行なうスパッタエッチングは、到達真空度 1×10^{-7} Torr 程度の成膜室を備え、清浄化されていない Ar ガスを導入する従来の一般的なスパッタ装置で行なうスパッタエッチングとは意味合いが異なる。到達真空度 1×10^{-7} Torr 程度であって通常の成膜用 Ar ガス（水等の不純物濃度 1 p p m 程度のもの）を導入する従来のスパッタ装置では、スパッタエッチングして膜の表面を清浄化しても、スパッタエッチング雰囲気中に存在する Ar ガス中の不純物等でエッチング表面が直ちに汚染されてしまう。

【0042】

このような汚染が生じることでエッチング膜の上に形成する磁性膜の特性が劣化することは、本発明者が先に応用物理第 65 巻第 12 号第 1218 頁～第 1228 頁（1996 年 12 月刊行）において報告している。これに対し、先に説明の条件で、到達真空度 3×10^{-9} Torr 程度以下の高真空に調整した後、不純物濃度を 1 p p b 以下に調整した高純度 Ar ガスを例えば 2 m Torr になるように成膜室に導入し、スパッタエッチングを施して被覆膜表面の清浄化を行なうことで後

で形成する磁性膜の特性を劣化させない程度の清浄なエッチング面を得ることができる。

【0043】

次に、成膜室を $1 \times 10^{-6} \sim 1 \times 10^{-7}$ Torr の圧力となるように酸素ガスを導入して被覆膜表面を酸素暴露する。ここで酸素暴露するのは 0 L ~ 25 L (ラングミュア: Langmuirs) の範囲、好ましくは 0.1 L ~ 3.5 L 以下程度とする。

ここで例えば 1 L とは 1×10^{-6} Torr で 1 秒間暴露するか、 1×10^{-7} Torr で 10 秒間暴露することを意味し、3.5 L とは 1×10^{-6} Torr で 3.5 秒間暴露するか、 1×10^{-7} Torr で 35 秒間暴露することを意味する。

【0044】

先に説明した酸素暴露を行なうことで被覆膜の表面に多数の酸素を物理的に吸着することができる。これは、酸素の暴露量が多すぎると、被覆膜の表面全部に酸素が付着して酸化物や酸化物膜が生成されてしまうおそれがあるが、先に説明したエッチング後の高真空の減圧雰囲気で規定圧力の酸素を導入して行なう酸素暴露であるならば、酸素を被覆膜の表面に物理的な吸着状態で間欠的に付着させることができる。ここで被覆膜に Co を含有させていると、Co と酸素は結合性が高く Co 原子が存在する部分に酸素が吸着され易いので、被覆膜には Co を含有させていることが好ましい。なお、Co に代えて Co と同様に酸素と親和力の高い元素を添加元素として用いることもできる。更にこの添加元素として、被覆膜として用いられる Ni 系合金の Ni-P をメッキ法で形成する場合に、Ni と共析可能な元素であることが好ましい。これらの条件を見出し得る元素として、前記 Co の外に、Fe、W、V、Cr、Mn、Cu、Zn、Mo、Pd、Sn、Re、Al、Zr、B、Ti の中から選択される 1 種または 2 種以上を選択することができる。

先に説明した条件でスパッタエッチングして被覆膜の表面を完全に清浄化しておき、この清浄化された被覆膜表面に前述の暴露量の酸素を導入することで、被覆膜表面に酸化物や酸化物層層状態ではなく、間欠的に多数の酸素を物理的に吸着させた状態の被覆膜表面を得ることができる。そして、このような物理的吸着状態の酸素を後述する結晶粒粗大化の抑制点として利用することができる。

【0045】

(下地膜と磁性膜のスパッタ法)

本発明に係る下地膜と強磁性金属の磁性膜を製造する方法の一例であるスパッタ法として、例えば、基板がターゲットの前を移動しながら薄膜が形成される搬送型スパッタ法と、基板をターゲットの前に固定して薄膜が形成される静止型スパッタ法を例示することができる。

前者の搬送型スパッタ法は、量産性が高いため低コストな磁気記録媒体の製造に有利であり、後者の静止型スパッタ法は、基板に対するスパッタ粒子の入射角度が安定なために記録再生特性に優れる磁気記録媒体の製造が可能とされる。

本発明に係る磁気記録媒体 60 を製造する際には、搬送型あるいは静止型のいずれかに限定されるものではない。

【0046】

(金属下地と強磁性金属の磁性膜を形成する成膜室の到達真空度)

従来、「金属下地膜および／または強磁性金属磁性膜を形成する成膜室の到達真空度」は、強磁性金属磁性膜の材料によっては、保磁力の値を左右する成膜因子の 1 つとして位置づけられている。

特に、強磁性金属磁性膜の中に Ta を含む、Co 基の磁性材料では、上記の到達真空度が低い場合（例えば、 $10^{-6} \sim 10^{-7}$ Torr 台の場合）には影響が大きいと考えられてきた。よって本発明では到達真空度 3×10^{-9} Torr 程度の高真空において成膜する超清浄プロセスにより下地膜と磁性膜を形成する。

なお、上述した組成の 3 元系の CoCrGe 合金から強磁性金属磁性膜を形成した場合は、到達真空度が $10^{-6} \sim 10^{-7}$ Torr 台の成膜室にて磁性膜を形成しても、高い規格化保磁力と熱的に安定な磁気特性を同時に有する強磁性金属磁性膜を備えた磁気記録媒体を製造することができるので、通常の到達真空度で成膜しても良い。なお、当然のことながら、本発明者らが提供している超清浄プロセスにより上述した 3 元系の CoCrGe 合金の磁性膜を形成しても良いのは勿論である。

【0047】

(金属下地膜および／または強磁性金属膜を形成する際の基体の表面温度)

本発明における「金属下地膜および／または強磁性金属磁性膜を形成する際の基体の表面温度」は、強磁性金属磁性膜の材料に依存せず、保磁力の値を左右する成膜因子の 1 つである。

基体が損傷しない範囲であれば、高い表面温度で成膜をした方がより高い保磁力を実現できる。基体の損傷とは、そり、膨れ、割れ等の外的変化や、磁化の発生、発ガス量の増加等の内的変化を意味する。しかし、高い基体の表面温度を実現するためには、一般的に何らかの加熱処理を、成膜室又はその前室で行う必要がある。この加熱処理では、基体近傍の空間中にガスやダストが発生し、成膜中の薄膜に取り込まれ、各種の膜特性が不安定になるという不都合な面をもっている。

【0048】

また、高い基体の表面温度は、以下の問題点も有している。

①Ni-P／Al 基体における非磁性Ni-P膜が磁化発生する。

②基体において歪が発生する。

③ガラスなどの熱伝導率が低い基体では、基体温度を上げたり、保持することが難しい。したがって、上記加熱処理を行わないか、若しくは、より低温加熱処理でも、目標とする各種の膜特性を得られる作製方法が望まれる。

【0049】

(基体の表面粗さ、Ra)

本発明における基板の表面粗さとしては、例えば、ディスク形状からなる基板表面を、半径方向に測定した場合の、平均中心線粗さRaがあげられる。

表面粗さRaの測定器としては、RANKTAYLORHOBSON 社製 TALYSTEP (タリステップ) を用いることができる。

基板が停止状態から回転を開始した場合、あるいはその逆に回転状態から停止状態になった場合は、磁気記録媒体と磁気ヘッドの表面同士が接触および摺動する(CSS動作)。この時、磁気ヘッドの吸着や摩擦係数の上昇を抑えるため、表面粗さRaは大きい方が好ましい。一方、基体が最大回転数に達した場合には、磁気記録媒体と磁気ヘッドとの間隔、即ち、磁気ヘッドの浮上量をできるだけ小さい値に確保する必要があるので、Raは小さい方が望ましい。従って、基体

の表面粗さ R_a の最大値と最小値は、上述した理由と、磁気記録媒体に対する要求スペックから適宜決定される。

【0050】

例えば、磁気ヘッドの浮上量が、 $24\ \mu\text{inch}$ の場合は、 $R_a = 6\ \text{nm} \sim 8\ \text{nm}$ である。しかし、更に高記録密度化を図るためには、磁気ヘッドの浮上量（記録再生動作をする際、磁気ヘッドが磁気記録媒体の表面上から離れている距離）をより小さくする必要がある。この要望に答えるためには、磁気記録媒体の表面をより平坦化することが大切となる。このような理由から基体の表面粗さ R_a は、より小さなものが望ましい。従って、基体の表面粗さ R_a がより小さな場合であっても、目標とする各種の膜特性を得られる作製方法を適宜採用すれば良い。一例として Al 基板上に Ni-P 膜を設けた構造の場合にテクスチャーを設けた上で R_a を $1.5\ \text{nm}$ 以下にまで低減することがなされており、特別な研磨処理を施した $\text{Ni-P}/\text{Al}$ 基板での R_a を $0.5 \sim 0.7\ \text{nm}$ とすることもできる。

【0051】

（テクスチャ処理）

本発明における基体に施すテクスチャ処理としては、例えば、機械的な研磨による方法、化学的なエッチングによる方法、物理的な凹凸膜の付与による方法などがあげられる。特に、磁気記録媒体の基体として、最も広く使われているアルミニウム合金基体の場合は、機械的な研磨による方法が採用されている。

例えば、アルミニウム合金基体の表面に設けた（ Ni-P ）膜に対して、研削用の砥粒が表面に接着してあるテープを、回転する基体表面に押しつけることにより、同心円状に軽微なキズを付与する方法がある。この方法では、研削用の塗粒を、テープから遊離させて用いる場合もある。

しかし、上記「基体の表面粗さ」の項で述べた理由から、上記テクスチャ処理を行わないか、若しくは、より軽微なテクスチャ形状でも、目標とする各種の膜特性を得られる作製方法を適宜採用すれば良い。

【0052】

以上の方法で得られた磁気記録媒体は、下地膜 64 を構成する Cr 膜が（200）配向し、その上に磁性膜 65 がエピタキシャル成長して（110）配向しな

がら生成するので、下地膜 6 4 の結晶配向性でもって磁性膜 6 5 の結晶配向性を良好にすることができる。更に、下地膜 6 4 の結晶粒の粗大化を被覆膜 6 3 の表面に吸着した酸素で抑制するので、その上に形成される磁性膜 6 5 の結晶粒の粗大化も抑制することができる。この結果として微細な結晶粒の磁性膜 6 5 を得ることができる。

また、酸素暴露する場合に 1×10^{-6} 以下の減圧雰囲気において酸素を導入するようにして適切な酸素を被覆膜表面に供給し、酸素を被覆膜表面に間欠的に多数、物理吸着状態とするならば、この物理吸着した酸素を結晶粒粗大化抑制の抑制点、即ちピンニングポイントとすることができ、下地膜の結晶粒粗大化を抑制でき、微細化した結晶組織を有する低ノイズ化した磁気記録媒体を提供できる。

【 0 0 5 3 】

図 2 と図 3 は先に説明した磁気記録媒体 6 0 を組み込んで構成されたコンピュータの HDD（ハードディスクドライブ）装置（磁気記録装置）の一例を示すものである。

この例の磁気記録装置 7 0 において、容器型のケーシング 7 1 の内部に複数枚（図 2 に示す例では 5 枚）の磁気記録媒体 6 0 がスペーサ 7 2 と交互にスピンドル 7 3 に挿通されて設けられている。また、ケーシング 7 1 には前記スピンドル 7 3 の軸受けが設けられるとともに、ケーシング 7 1 の外部には前記スピンドル回転用のモータ（駆動部） 7 4 が設けられ、各磁気記録媒体 6 0 がスピンドル 7 3 の周回りに回転自在とされている。

【 0 0 5 4 】

前記ケーシング 7 1 の内部であって前記磁気記録媒体 6 0 の側方側には、軸受け 7 5 によって前記スピンドル 7 3 と平行に支持された回転軸 7 6 が設けられ、この回転軸 7 6 に複数のスイングアーム 7 7 が磁気記録媒体 6 0 側に延出するように取り付けられ、各スイングアーム 7 7 の先端側に細長い三角板状のロードアーム 7 8 を介して磁気ヘッド 7 9 が取り付けられている。

【 0 0 5 5 】

磁気ヘッド 7 9 は、薄膜型磁気ヘッド、あるいは M I G 型の磁気ヘッド、または M I G 型の磁気ヘッド素子と読み取り専用の磁気抵抗効果型磁気素子とを一体

化したデュアル型の磁気ヘッド素子と、スライダとから構成されており、このスライダがロードアーム 78 の先端部側に設けられたジンバル部材によって弾性支持されている。磁気ヘッド 79 はスイングアーム 77 の移動とともに磁気記録媒体 60 上の任意の位置に移動されるように構成されている。

【0056】

上記構成の磁気記録装置 70 において、磁気記録媒体 60 を回転させるとともに、スイングアーム 77 を移動させて磁気ヘッド 79 を磁気記録媒体 60 上の任意の位置に移動させて磁気記録媒体 60 に設けられている強磁性金属磁性膜（磁気記録層）65 に磁気ヘッド 79 の発生させた磁界を作用させることで磁気記録媒体 60 に所望の磁気情報を書き込むことができる。また、スイングアーム 77 を移動させて磁気ヘッド 79 を磁気記録媒体 60 上の任意の位置に移動させて磁気記録媒体 60 の強磁性金属磁性膜（磁気記録層）65 からの漏れ磁界を磁気ヘッド 79 で検出することで磁気情報の読出を行なうことができる。

【0057】

このように磁気情報の読出と書込を行なう場合において、強磁性金属磁性膜（磁気記録層）65 が先に説明した如く微細な結晶粒から構成されて優れた磁気特性を有しているならば、強磁性金属磁性膜 65 の熱擾乱を抑制できるので、磁気記録装置 70 の内部がモータ 74 の熱を受けて、例えば、100℃を超える高い温度に加熱されつつ使用された場合であっても、強磁性金属磁性膜 65 の磁気特性が劣化することがない。また、長期間使用し、長時間加熱されることがあっても、強磁性金属磁性膜 65 の磁気記録再生特性に劣化の生じない記録再生特性の優れた磁気記録装置 70 を提供できる。

また、強磁性金属磁性膜 65 として高保磁力のものをを用いていると、磁気ヘッドの浮上走行時に磁気ヘッドの読出素子が受ける漏れ磁界を強くすることができるので、強い信号を受けることができることとなり、S/N比の良好な記録再生特性を得ることができる。

【0058】

なお、図 2 と図 3 を基に先に説明した磁気記録装置 70 は磁気記録装置の一例を示すものであるので、磁気記録装置に設ける磁気記録媒体の枚数は 1 枚以上の

任意の数で良く、設ける磁気ヘッド 79 の数も 1 個以上であれば任意の数、設けても良い。また、スイングアーム 77 の形状や駆動方式も図面に示すものに限らず、リニア駆動方式等、その他の方式のものでも良いのは勿論である。

【0059】

【実施例】

以下に実施例をあげて本発明をより詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

「試験方法」

3.5 インチ径のアルミニウム製の基板を脱脂、エッチング、ジンケート処理した後に、市販のメッキ液（商品名：メルテックス製 NI-422 (9A)）に硫酸コバルトを添加したメッキ液を用いて基板上に厚さ 12 nm の NiCoP メッキを施して被覆膜を形成した。この際、メッキ液中の Co 濃度を 30 ~ 1000 ppm の範囲で調節することで、被覆膜中の Co 濃度を 0.003 wt.% ~ 0.10 wt.% の範囲に調節した。更に、Co を添加していないメッキ液を用いてアルミニウム製の基板上に Ni-P メッキを施し Ni-P の被覆膜付きの基板を得た。

次に、これらの被覆膜付きの基板を 250℃ で加熱して膜中のガスを放出させた後表面を研磨して表面粗さ Ra : 5 Å に加工して磁気記録媒体用の超平滑 Ni-P-Co / Al 基板と超平滑 Ni-P / Al 基板を得た。

【0060】

更に、試験に使用した磁気記録媒体は、成膜室の内壁面に複合電解研磨処理を施したスパッタ装置（日電アネルバ製 ILC3013 : 到達真空度 3×10^{-9} Torr 以下）を用いて製作した。成膜時のプロセスガスには超高純度 Ar ガス（H₂ 濃度 : 1 ppb 以下のウルトラクリーン Ar ガス）を用いた。

【0061】

以下の実験において用いた基板は、Ni-P 膜をメッキ後、150℃ x 1 hr の焼き鈍しを行った通常の基板と、酸素との親和力が強い Co を先の方法で 30 ppm、100 ppm、300 ppm 添加した Ni-P-Co をメッキ後、250℃ x 1 hr の焼き鈍しを行った基板であって、酸素暴露用の特別な基板の計 4 種

類の複数の基板を用いた。

成膜直前に、Ni-P膜あるいはNi-P-Co膜を有する基板を収納した成膜室を到達真空度： 3×10^{-9} Torrまで減圧し、その後、ウルトラクリーンArガスを導入して膜表面のドライエッチング（2mTorr／200W／5秒の条件でスパッタエッチング）を行った後、 1×10^{-7} Torrの減圧雰囲気中において基板表面を酸素で0～250秒間暴露し、更にCr下地膜（厚さ5nm）、 $\text{CoNi}_{12.5}\text{Cr}_{15}\text{Ta}_{3.5}\text{Pt}_5$ 磁性膜（厚さ15nm、20nm、30nm）を、印加バイアス0Vで順次形成した。

更に磁性膜の上にカーボン保護膜（厚さ10nm）を形成した。ここで用いた磁性膜は、下地膜厚／磁性膜厚＝20／20nm、印加バイアス＝－100Vの条件下において、保磁力＝3.3kOeを発揮する組成の磁性膜である。

【0062】

製作した磁気記録媒体は、磁気特性をVSM（振動試料型磁力計）、SQUID磁束計により評価し、微細構造をX線回折装置（XRD）、透過電子顕微鏡（TEM）により評価し、磁気記録再生特性をインダクティブMR（磁気抵抗効果型）複合型ヘッドにより評価した。

【0063】

「酸素吸着量依存性と微細構造」

図4に、ウルトラクリーンプロセス（UC-Process： 3×10^{-9} 以下の到達真空度で真空引きした後にウルトラクリーンArガスを導入してドライエッチングを施し被覆膜表面を清浄化した後に成膜するプロセス）と、Coを被覆膜に添加していない基板を用いて作製した、基板表面に酸素を暴露していない構造を持つ磁気記録媒体と、下地膜の成膜直前にドライエッチングを行った後、酸素暴露量を1.5L、3.5L（ラングミュア）として得られた磁性膜のTEM像と、それにより算出した平均強磁性結晶粒径（G.D.）を示す。

なおここで、「L：ラングミュア」は酸素暴露量の指標であり、0Lは酸素暴露なし、1Lは 1×10^{-7} Torrで10秒の暴露、3.5Lは 1×10^{-7} Torrで35秒の暴露、10Lは 1×10^{-7} Torrで100秒の暴露、25Lは 1×10^{-7} Torrで250秒の暴露に相当する。なお、1Lについて、 1×10^{-6} Torrで1秒の

暴露でも 1×10^{-7} Torr で 10 秒の暴露と等価な条件となるが、1 秒の暴露では暴露時間が短すぎて酸素吸着が完全になされないおそれがあることを加味し、本実施例では 1×10^{-7} Torr で 10 ～ 250 秒間行なう暴露条件を 1 L ～ 25 L とした。

【0064】

図 4 に示す結果から、基板表面への酸素暴露量が増大するに従い、平均の強磁性結晶粒径 G.D. が 10.8 nm から 9.9 nm、9.3 nm へと低減していることがわかる。この酸素吸着量増大による強磁性結晶粒径の減少は、基板表面への吸着酸素量の増大により、下地膜の Cr 結晶粒の成長の抑制効果（ピン止め効果）の促進によるものと考えられる。

【0065】

図 5 に、成膜直前に被覆膜のドライエッチングを行った後、基板の被覆膜表面を酸素で暴露し、その吸着量を 0 L から 25 L まで変化させたときの各磁性膜の X 線回折パターンを示す。ここで、下地 Cr 膜厚は、5 nm、CoNiCrTaPt の磁性膜厚は 30 nm 一定とした。

図 5 に示す結果から、酸素暴露量（酸素吸着量）に拘わらず、いずれの磁気記録媒体の磁性膜においても、面内配向を示す（110）面からの強い回折ピークが得られ、かつ、それ以外の回折ピークは観測されなかった。このことから、基板表面への酸素暴露は、磁性膜の結晶配向性には特に影響を及ぼさないことがわかった。

【0066】

以上のことから、成膜直前に先の減圧条件で被覆膜のドライエッチングを行った後、被覆膜表面を酸素で暴露することによって、磁性膜の結晶配向性を変化させることなく、磁性膜の強磁性結晶粒径を低減できることがわかった。なお、磁性膜の結晶粒径を 10.8 nm（酸素暴露なし）から、9.3 nm（酸素暴露量 3.5 L）に減少できたということは、約 14 % の結晶粒微細化に成功したことであるので、極めて大きな成果である。

【0067】

「酸素吸着量依存性と磁気特性の測定」

図 6 に、UC - Process を用いて作製した、下地膜と磁性膜の積層構造 ($\text{Cr} / \text{CoNi}_{12.5}\text{Cr}_{15}\text{Ta}_{3.5}\text{Pt}_5$ なる積層構造) の磁気記録媒体における 300 K、5 K での保磁力の磁性膜厚依存性を示す。ここで、Cr の下地膜厚は 5 nm とした。

図 6 に示す 5 K での保磁力において、磁性膜厚が 15 nm、20 nm における保磁力がほとんど同じであるのに対し、300 K での保磁力においては、15 nm の磁気記録媒体の保磁力が 20 nm の媒体の保磁力より小さいことから、膜厚が 15 nm の磁性膜、あるいはそれ以下の膜厚の磁性膜を備えた磁気記録媒体における保磁力の減少は、熱擾乱によるものであると考えられる。

【0068】

そこで、基板表面に酸素を吸着させるにあたり、熱擾乱による保磁力の低下が起こりにくいと思われる磁性膜厚 30 nm 一定にした試料、更には、微細構造の変化 (強磁性結晶粒の微細化) により熱擾乱の影響を受け、保磁力が減少すると予想されるところの、磁性膜厚 20 nm 一定の試料、磁性膜厚 15 nm 一定の試料をそれぞれ用いて磁気特性の評価に用いることにした。

【0069】

図 7 に UC - Process を用いて酸素暴露量 0 L にて作製した $\text{Cr} / \text{CoNi}_{12.5}\text{Cr}_{15}\text{Ta}_{3.5}\text{Pt}_5$ なる積層構造における磁性膜の強磁性結晶粒径の個数分布を示し、図 8 に酸素暴露量 3.5 L にて同等の条件で同等の積層構造とした試料の磁性膜の強磁性結晶粒径の個数分布を示す。

図 7 と図 8 を比較して明らかなように、被覆膜の酸素暴露を行なった試料にあっては、平均結晶粒径が小さくなっていると同時に、16 ~ 17 nm を超える粒径の結晶粒 (換言すると平均結晶粒径の 2 倍を超える粗大強磁性結晶粒) がほとんど無くなっている。これに対して酸素暴露を行なっていない試料にあっては、16 nm を超える粒径の結晶粒と 18 nm を超える粒径の結晶粒が 10 数個存在し、20、22、24 nm を超える粒径の結晶粒 (換言すると平均結晶粒径の 2 倍を超える粗大強磁性結晶粒) も数個存在する。

このように酸素暴露により、粗大化した結晶粒を少なくできるということは、磁性膜として低ノイズ化ができたことになる。

また、図9に酸素暴露量0 Lと1.5 Lと3.5 Lの試料における結晶粒の分布状態を示すが、酸素暴露量の増大とともに粗大化した結晶粒の数が激減することが明らかである。

【0070】

図10に、基板上の被覆膜に対して逆スパッタ（スパッタエッチング）を行った直後、かつCrの下地膜を成膜する直前に、基板表面を酸素で暴露した、Cr/CoNi_{12.5}Cr₁₅Ta_{3.5}Pt₅なる積層構造の磁気記録媒体における、保磁力の酸素吸着量依存性を示す。

ドライエッチング（逆スパッタ）を施していない磁気記録媒体の保磁力も図10に併記する。ここで、酸素暴露量を0 Lから25 Lの範囲、Crの下地膜厚を5 nm、磁性膜厚を20 nm、30 nmとした。

図10に示すいずれの膜厚の磁気記録媒体においても、基板表面への酸素吸着量が増大すると、保磁力が減少する傾向にある。ただし、ドライエッチングを施した試料にあっては、いずれの酸素暴露量であっても、ドライエッチングを施していない試料に比べて高い保磁力を示すことが判明した。従って保磁力の面のみから見ると、ドライエッチングを施すならば、0 L～25 Lのいずれの酸素暴露量であっても、ドライエッチングを施してしない試料よりも優れた保磁力の磁性膜を得られることが判明した。

【0071】

図11に、図10で示した保磁力の酸素吸着量依存性を、暴露量0 Lから5 Lの間で拡大表示し、かつ磁性膜厚が15 nm、20 nm、30 nmの各磁気記録媒体の保磁力を示す。

図11に示す磁性膜厚が30 nmの磁気記録媒体試料において、酸素暴露量3.5 L付近から保磁力が若干低下し始める傾向がある。また、磁性膜厚が20 nm、15 nmの磁気記録媒体においては、酸素暴露量1.0 Lの試料は保磁力が向上したものの、酸素暴露量1.5 L付近から酸素暴露量が増加するにつれて徐々に保磁力が低下し始めるという傾向を示した。これらの磁気記録媒体において、図5で示したように、磁性膜の結晶配向性には問題がないと考えることが出来ることから、ここで示した保磁力の減少は、強磁性粒子の粒間相互作用の増大、

もしくは強磁性結晶粒径の微細化による熱擾乱の影響が考えられる。

【0072】

図12に、磁性膜厚が15nm、30nmの磁気記録媒体の、5K、300Kでの保磁力の酸素暴露量（酸素吸着量）依存性を示す。酸素暴露量3.5Lの媒体において、熱擾乱を受けていないと考えることが出来る5Kでの保磁力値、そして磁性膜厚30nmの保磁力値が、暴露量2.5L以下の磁気記録媒体の保磁力値と比較して減少する傾向にあることから、酸素暴露量3.5L以上の磁気記録媒体においては、酸素の膜内進入などによる強磁性結晶粒間の相互作用の増大が考えられる。

これらの結果から、磁性膜厚が15nmの磁気記録媒体における、酸素暴露量1.5L付近から暴露量3.5L付近までの保磁力の減少は、強磁性結晶粒径の微細化による熱擾乱の影響であると考えられることができる。

以上のことから、基板表面の酸素暴露において、1.5L～3.5L程度までの酸素暴露により、強磁性結晶粒間相互作用を増大させることなく、強磁性結晶粒径を微細化できることがわかった。

【0073】

「酸素吸着量依存性と磁気記録再生特性の測定」

図13に、Cr/CrNi_{12.5}Cr₁₅Ta_{3.5}Pt₅なる組成と積層構造の下地膜と磁性膜を有する磁気記録媒体の160kFCIの線記録密度における信号対雑音比（ S/N_m = 信号/磁気記録媒体のノイズ）を基板表面への酸素吸着量に対して示す。

ここで、基板を通常の基板、下地Cr膜厚を5nm、磁性膜厚を15nmとした。酸素暴露無しで、磁性膜厚を12nmとした磁気記録媒体の記録再生特性も図13に示す。

図13に示す結果から、基板表面を酸素で暴露することにより、記録再生特性が向上し、酸素暴露量が4L付近で最大値をとる。この要因として、酸素暴露量4L付近では強磁性結晶粒の粒間相互作用が大きくなる傾向にあるものの、それ以上に強磁性結晶粒径が大きく低減することにより、信号対雑音比が改善されるものと思われる。

以上のことから、酸素暴露量の調整と磁性膜厚の調整により、保磁力を低下させることなく、信号対雑音比を低減できる磁性膜を備えた磁気記録媒体を得られることが分かる。

【0074】

図14は薄膜磁気記録媒体の160k FCIの線記録密度における規格化媒体ノイズNm/Vの酸素暴露量依存性を示す。

規格化媒体ノイズにおいては酸素暴露しない試料に対して酸素暴露量8Lまで悪化しないことがわかる。

【0075】

「酸素吸着量依存性と微細構造」

図15と図16に、成膜直前にドライエッチングを行った後、基板表面への酸素暴露量を1.5L一定とし、基板の種類を、Ni-Pメッキ後150℃x1hrの焼き鈍しを行った基板、そして、酸素との親和力が強いCoを0.003wt.%, 0.04wt.%, 0.13wt.%添加したNi-Pをメッキ後250℃x1hrの焼き鈍しを行った、酸素暴露用の特別な基板、計4種類を用意し、それらを変化させたときのTEM像と、TEM像により算出した平均磁性結晶粒径(G.D.)をそれぞれ示す。ここで、Crの下地膜厚は5nm、CoNiCrTaPt磁性膜厚は15nm一定である。

【0076】

図15と図16から、Co添加量が増加するにつれて強磁性結晶粒径が9.8nmから、9.6nm、8.8nm、8.6nmへと低減していることがわかる。このCo添加量増大による強磁性結晶粒径の減少は、基板表面への吸着ガス量の増大による、Crの下地膜結晶粒の成長の抑制効果(ピン止め効果)の促進によるものと考えられる。

【0077】

図17に、基板表面への酸素暴露量を1.5Lとし、基板の種類を変化させたときのX線回折パターンを示す。ここで、Crの下地膜厚は5nm、CoNiCrTaPt磁性膜厚は15nm一定である。

基板の種類(Ni-P膜中へのCo添加量の大小)に関わらず、いずれの磁気

記録媒体においても、面内配向である(110)面からの回折ピークが見られ、かつ、それ以外の回折ピークは観測されていない。このことから、今回使用した基板においては、基板の種類によらず、結晶配向性は変化がないことがわかる。

【0078】

以上のことから、成膜直前に被覆膜のドライエッチングを行った後、各種基板の表面を酸素で暴露するにあたり、基板被覆膜へのCo添加量増大に伴い、結晶配向性を変化させることなく、強磁性結晶粒径を低減することができ、信号対雑音比の優れた磁気記録媒体を得られることがわかった。

【0079】

図18にUC-Processを用いて酸素暴露量1.5L、Co含有量0の条件にて作製したCr/Cr_{12.5}Ni_{12.5}Cr₁₅Ta_{3.5}Pt₅なる積層構造における磁性膜の強磁性結晶粒径の個数分布を示し、図19に酸素暴露量3.5L、Co含有量0.04wt.%の条件、他は同等の条件で同等の積層構造とした試料の磁性膜の強磁性結晶粒径の個数分布を示す。

図18と図19を比較して明らかなように、被覆膜にCoを添加した試料においては、平均結晶粒径が小さくなっていると同時に平均結晶粒径を超える大きな強磁性結晶粒径の結晶粒数が少なくなっている。特に、平均結晶粒径の2倍を超える粗大強磁性結晶粒（平均結晶粒径8.8の2倍の17.6nm、換言すると、図19において18nm以上の粒径の結晶粒）は存在しない。

このようにCo添加により、粗大化した強磁性結晶粒を少なくできるということは、磁性膜として低ノイズ化ができたことになる。

また、図20に酸素暴露量を1.5L一定として、Co添加量を0、0.003wt.%、0.04wt.%、0.13wt.%とした各試料における強磁性結晶粒の分布状態を示すが、Co添加量の増大とともに強磁性結晶粒径が微細化し、更に粗大化した強磁性結晶粒の数が減少することが明らかである。

【0080】

「基板表面状態依存性と磁気特性」

図21に、Ni-P-Coの被覆膜を有する基板表面のスputタエッチングを行った直後、かつ、Crの下地膜を成膜する直前に、各Co添加量(0、0.00

3 wt.%, 0.04 wt.%, 0.13 wt.%) の被覆膜表面を酸素で暴露した、Cr/CoNi_{12.5}Cr₁₅Ta_{3.5}Pt₅なる組成と積層構造を有する磁気記録媒体における、保磁力の酸素吸着量依存性を示す。酸素暴露量を0 Lから3.5 Lの範囲、Crの下地膜厚を5 nm、磁性膜厚を15 nmとした。

【0081】

図21に示すいずれの試料においても基板表面への酸素吸着量が増大すると、保磁力が減少する傾向にあるが、Co添加量が0、0.003 wt.%の基板間にはほとんど変化が見られなく、それ以上のCoの添加量の基板(0.04 wt.%, 0.13 wt.%)においては、Coの添加量が増大する程、保磁力の減少量が大きく、その減少傾向が暴露量の増大に伴い、スパッタエッチングを行っていない磁気記録媒体の保磁力値(図11においてドライエッチングなしと矢印記載した値)に漸近する傾向にあることが判明した。

ただし、いずれのCo添加量であっても、ドライエッチングなしの試料よりは高い保磁力を示した。

【0082】

図22は、逆スパッタを行った直後、かつ下地Cr膜を成膜する直前に、各Co添加量(0、0.003 wt.%, 0.04 wt.%, 0.13 wt.%)の基板表面を酸素で1.5 L, 3.5 L暴露した、Cr/CoNi_{12.5}Cr₁₅Ta_{3.5}Pt₅なる組成と積層構造の磁気記録媒体における、300 Kでの保磁力の基板へのCo添加量依存性を示す。

図22に示す結果から、Co添加量が0.003 wt.%の基板においては、Co添加量が0 wt.%の基板に対して、保磁力がほとんど変化しないが、それ以上のCo添加量を持つ基板においては、添加量の増大に伴い、保磁力が減少する傾向にある。ただし、いずれのCo添加量の試料であっても、ドライエッチングを施していない試料よりは高い保磁力を示した。

ここで、図17のX線プロファイルで示したように、各種類の基板によって結晶配向性が変化しないことから、Co添加量の増大に伴う保磁力の減少は、強磁性結晶粒径の微細化による熱擾乱の影響、粒間相互作用の増大によるものであると考えられる。

【0083】

図23は、基板表面の逆スパッタを行った直後、かつ、Crの下地膜を成膜する直前に、各Co添加量（0、0.003wt.%、0.04wt.%、0.13wt.%）の被覆膜表面を酸素で1.5L、3.5L暴露した、Cr/Cr₁₅Ta_{3.5}Pt₅Ni_{12.5}なる積層構造の磁気記録媒体における、5K、300Kでの保磁力の基板へのCo添加量依存性を示す。

図23に示す結果から、熱擾乱の影響を受けていないと考えることが出来る5Kの試料においても、Coの添加量の増大に伴い、保磁力値が減少している。故にこの300Kでの保磁力の減少は、熱擾乱による影響だけではなく、強磁性結晶粒間の相互作用の増大によるものも考えられる。この要因として、Co添加量が0.04wt.%、0.13wt.%の基板においては、Co無添加の被覆膜、Co添加量が0.003wt.%の被覆膜よりも、はるかに多くの酸素が被覆膜表面のCo粒子に吸着されていると考えられ、基板表面がスパッタエッチングを施していない場合とほぼ同様の表面状態になっているものと考えられ、その多くの吸着ガスがCrの偏析を阻害したり、膜内に多く残留していることが考えられる。

【0084】

以上のことから、Coの添加量が好ましくは0.13wt.%以下の被覆膜を備えた基板を用い、かつ、被覆膜表面の酸素暴露量が3.5L程度以下において、結晶配向性に悪影響を及ぼすことなく、粒間相互作用を大きくすることなく、強磁性結晶粒径を低減できることがわかった。また、Coの添加量が0.04wt.%以上の被覆膜を備えた基板を用いると、基板表面のわずかな酸素暴露においても強磁性結晶粒径は大きく低減できるものの、粒間相互作用を増大させる傾向を有することがわかった。

【0085】

「基板表面状態と磁気記録再生特性」

図24に、Cr/Cr₁₅Ta_{3.5}Pt₅Ni_{12.5}なる組成と積層構造を有する磁気記録媒体における信号対雑音比（S/N_m）を、基板の被覆膜の種類（Co添加量：0.003wt.%、0.04wt.%、0.13wt.%）に対して示す。ここで、成膜プロセスを基板表面に1.5Lの酸素暴露を行った成膜プロセ

スとし、Crの下地膜厚を5 nm、磁性膜厚を15 nmとした。更に、図24に、Ni-P膜にCoを含有させていない基板を用い、酸素暴露量を3.5 L、7.5 Lとした磁気記録媒体の記録再生特性も示す。

【0086】

図24に示す結果から、Co添加量を増大させることにより、記録再生特性が向上し、Co添加量が0.04 wt.%付近で最大値の信号対雑音比(1 dB以上の向上)をとる。この要因として、0.04 wt.%付近では粒間相互作用が大きくなる傾向にあるものの、それ以上に強磁性結晶粒径が大きく低減することにより信号対雑音比が改善されるものと思われる。よって、基板表面のNi-P膜にCoを添加することにより、SN比の良好な磁気記録媒体を得ることができる。

【0087】

「酸素吸着依存性の総括」

Coを含まないNi-P膜を設けた基板を用いた基板表面の酸素暴露において、1.5 L～3.5 L程度までの酸素暴露において、結晶配向性の劣化や強磁性結晶粒間相互作用の増大を引き起こすことなく強磁性結晶粒径を微細化することができることが明らかになった。また、3.5 L以上の酸素暴露においては、さらに磁性結晶粒径が微細化するものの、粒間相互作用の増大により、保磁力が減少する傾向にある。磁気記録再生特性においては、酸素暴露により、1 dB弱程度の改善が可能であることが判明した。

【0088】

「基板表面状態の依存性」

Ni-P膜に対するCo添加量が0.003 wt.%以下の基板を用いることにより、基板表面の酸素暴露量が3.5 L以下において、結晶配向性に悪影響を及ぼすことなく、粒間相互作用を大きくすることなく、強磁性結晶粒径を低減できることが明らかになった。また、Ni-P膜に対するCo添加量が0.04 wt.%以上の基板を用いると、基板表面のわずかな酸素暴露においても、強磁性結晶粒径を大きく低減できるが、粒間相互作用が増大することが判明した。また、磁気記録再生特性においては、基板表面にCoを添加することにより、1 dB以上程度の改善が可能であることが判明した。

【0089】

最終結論として、まず、基板表面の被覆膜をスパッタエッチングした後、酸素で1.5 L～3.5 L程度暴露することにより、結晶配向性や粒間相互作用を増大させることなく、強磁性結晶粒径を10.8 nmから9.9 nmへと低減することができ、さらに、Ni-Pアモルファス膜にCoを0.003 wt.%以下添加することにより、9.8 nmから9.6 nmへと低減できることが明らかになった。また、磁気記録再生特性において、Cr下地膜厚、磁性膜厚が一定の条件下において、Coを0.04 wt.%程度Ni-P膜に添加した基板を用い、基板表面への酸素暴露量を3.5 L程度とすることにより、信号対雑音比で1.5～2.0 dB程度の改善ができることが明らかとなった。また、信号対雑音比で見ると、0.08 wt.%以下の範囲で良好な値を得ることができるので、多少の保磁力の低下を加味して信号対雑音比の優れた磁気記録媒体を得るためには、被覆膜に対するCo含有量として0.08 wt.%以下、好ましくは0.003～0.08 wt.%の範囲、酸素暴露量として3.5 L以下、好ましくは0.1 L～3.5 Lの範囲とすることが良いと思われる。

【0090】

また、被覆膜は単層構造ではなく、複層構造としても良く、Ni-P膜を下部被覆膜として、その上に酸素と結合しやすい元素を含む材料をスパッタなどの手段で成膜して上部被覆膜とし、その上部被覆膜表面を酸素暴露することにより、微細化と均一化に適した構造（吸着酸素ガスの分布状態）とすることも可能であって、本発明はそのような態様も含むものとする。

【0091】

最後に、本試験に用いた磁気記録媒体用基板の表面に形成されている被覆膜について、ストリップ応力測定器を用いて測定した応力測定結果を示す。

Co含有量： 0.001 wt.%： -9.28 kg/mm^2

Co含有量： 0.003 wt.%： -8.45 kg/mm^2

Co含有量： 0.01 wt.%： -7.27 kg/mm^2

Co含有量： 0.04 wt.%： -2.64 kg/mm^2

Co含有量： 0.13 wt.%： $+2.27 \text{ kg/mm}^2$

この関係から、Ni-P膜に添加するCoの添加量が増加するにつれて、Ni-P膜の応力が引張応力側に変化していることが判明した。

【0092】

【発明の効果】

以上説明したように本発明の磁気記録媒体用基板によれば、Niと共析可能で酸素と親和力の高い元素を含有する非磁性の被覆膜を表面に有する磁気記録媒体用基板であるので、被覆膜上に下地膜と磁性膜を形成して磁気記録媒体とする際に、被覆膜中に含有させた添加元素の添加効果によって下地膜の結晶粒径を微細化し、磁性膜の結晶粒径を微細化することができる。従って本発明の磁気記録媒体用基板を用いるならば、結晶粒径の小さい低ノイズ化した磁性膜を備える磁気記録媒体を得ることができる効果がある。

【0093】

前記被覆膜として具体的に、Co、W、Fe、V、Cr、Mn、Cu、Zn、Mo、Pd、Sn、Re、Al、Zr、B、Tiの中から選択される1種または2種以上を添加したものを用いることができ、更に、Ni-P-Co系、Ni-Ta-Co系、Ni-Ti-Co系のいずれかを適用することができ、更に、NiCoPMなる組成式（ただし、元素Mは、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Mo、Ta、W、Al、Bのうち、1種または2種以上の元素からなる）で示される組成のものを用いることができる。

また、被覆膜の表面に酸素が間欠的に吸着されてなるならば、間欠的に吸着された酸素の上に下地膜が成膜される場合に下地膜の結晶粒の微細化を図ることができ、更に下地膜上に形成される磁性膜の結晶粒の微細化を図ることができる。

【0094】

また、本発明に係る磁気記録媒体であるならば、Niと共析可能で酸素と親和力の高い元素を含有する非磁性の被覆膜を表面に有するので、被覆膜上に下地膜と磁性膜が形成される場合に、被覆膜中に含有されている添加元素の添加効果によって下地膜の結晶粒径を微細化することができ、磁性膜の結晶粒を微細化することができる。

従って本発明の磁気記録媒体ならば、結晶粒径の小さい低ノイズ化した磁性膜

を備える磁気記録媒体を得ることができる効果がある。

【0095】

また、被覆膜の表面に酸素が間欠的に吸着されてなるならば、間欠的に吸着された酸素が結晶粒の粗大化の抑制点として作用し、その上に形成される下地膜の結晶粒の微細化がなされ、更に下地膜上に形成される磁性膜の結晶粒の微細化がなされる。

更に、C o が規定量含有され、表面に酸素が吸着された被覆膜を備えた磁気記録媒体であるならば、あるいは、被覆膜表面を逆スパッタ後に適切な酸素暴露量で基板表面を処理したものならば、磁性膜の結晶粒を微細化することができ、微細結晶粒の平均結晶粒径の2倍を超える粗大結晶粒を有しない優れた粒径分布の磁性膜が得られる。これにより、特にノイズの低い磁気記録媒体を得ることができる。

【0096】

次に、本発明方法によれば、成膜室を 3×10^{-7} Torr以下の減圧雰囲気とした後に水分を1 p p b以下とした高純度A r ガスを導入してドライエッチングにより被覆膜表面部分を清浄化した後、成膜室に 1×10^{-6} Torr以下になるように酸素を導入して被覆膜表面に酸素を吸着させ、その後下地膜を成膜するので、被覆膜の表面をドライエッチングで完全に清浄化できるとともに、その後好適な量の酸素を吸着させることができる。そしてこのように吸着させた酸素は、下地膜の結晶粒粗大化の抑制として機能するので、微細な結晶粒を有する下地膜を得ることができると同時に微細な結晶粒を有する磁性膜を得ることができる。

下地膜としてC r を含むものが好ましく、C r を含む下地膜の上に磁性膜を形成するならば、結晶粒を微細化した優れた磁性膜を得ることができる。

【0097】

また、被覆膜に対して好適なC o 含有量を選択し、酸素暴露量として好適な範囲を選択するならば、保磁力が高く、結晶粒径が小さく、結晶粒径の分布範囲が狭く、粗大化した結晶粒の少ない、低ノイズ化した磁性膜を有する磁気記録媒体を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 図 1 (a) は本発明の第 1 実施形態の磁気記録媒体の断面図、図 1 (b) は同磁気記録媒体の下地膜と磁性膜の結晶構造のモデルを示す構成図である。

【図 2】 図 2 は本発明に係る磁気記録装置の一例を示す側断面図である。

【図 3】 図 3 は図 2 に示す磁気記録装置の平断面図である。

【図 4】 図 4 は本発明に係る磁気記録媒体の第 1 の実施例における磁性膜の結晶粒径の酸素暴露量依存性を示すもので、図 4 (a) は暴露量 0 L の場合の金属組織写真、図 4 (b) は暴露量 1.5 L の場合の金属組織写真、図 4 (c) は暴露量 3.5 L の場合の金属組織写真である。

【図 5】 図 5 は UC - Process を用いるとともに、下地膜の成膜直前にドライエッチングを行った後、基板表面を酸素で暴露し、その吸着量を 0 L ~ 2.5 L まで変化させたときの下地膜上の磁性膜の X 線回折パターンを示す図である。

【図 6】 図 6 は UC - Process を用いて作製した、 $\text{Cr} / \text{CoNi}_{12.5}\text{Cr}_{15}\text{Ta}_{3.5}\text{Pt}_5$ なる積層構造と組成の下地膜と磁性膜を有する構造の磁気記録媒体における 300 K、5 K での保磁力の磁性膜厚依存性を示す図である。

【図 7】 図 7 は UC - Process を用いて酸素暴露量 0 L にて作製した実施例の $\text{Cr} / \text{CoNi}_{12.5}\text{Cr}_{15}\text{Ta}_{3.5}\text{Pt}_5$ なる積層構造における磁性膜の強磁性結晶粒径の個数分布を示す図である。

【図 8】 図 8 は UC - Process を用いて酸素暴露量 3.5 L にて作製した実施例の $\text{Cr} / \text{CoNi}_{12.5}\text{Cr}_{15}\text{Ta}_{3.5}\text{Pt}_5$ なる積層構造における磁性膜の強磁性結晶粒径の個数分布を示す図である。

【図 9】 図 9 は UC - Process を用いて酸素暴露量 0 L、1.5 L、3.5 L にて作製した実施例の $\text{Cr} / \text{CoNi}_{12.5}\text{Cr}_{15}\text{Ta}_{3.5}\text{Pt}_5$ なる積層構造における磁性膜の強磁性結晶粒径の粒度分布を示す図である。

【図 10】 図 10 は基板の逆スパッタを行った直後、かつ Cr の下地膜を成膜する直前に、基板表面を酸素で暴露した、実施例の $\text{Cr} / \text{CoNi}_{12.5}\text{Cr}_{15}\text{Ta}_{3.5}\text{Pt}_5$ なる積層構造と組成の下地膜と磁性膜を備えた磁気記録媒体における、保磁力の酸素吸着量依存性を示す図である。

【図 11】 図 11 は、図 10 で示した保磁力の酸素吸着量依存性を暴露量

0 L から 5 L の間で拡大表示したデータと、磁性膜厚が 15 nm の場合の磁気記録媒体の保磁力を併せて示す図。

【図 12】 図 12 は、磁性膜厚が 15 nm、30 nm の実施例の磁気記録媒体において、5 K、300 K での保磁力の酸素吸着量依存性を示す図である。

【図 13】 図 13 は、実施例の $\text{Cr}/\text{CoNi}_{12.5}\text{Cr}_{15}\text{Ta}_{3.5}\text{Pt}_5$ なる組成と積層構造の下地膜と磁性膜を有する磁気記録媒体の信号対雑音比 ($S/N_m = \text{信号}/\text{磁気記録媒体のノイズ}$) を基板表面への酸素吸着量に対して示す図である。

【図 14】 図 14 は、実施例の $\text{Cr}/\text{CoNi}_{12.5}\text{Cr}_{15}\text{Ta}_{3.5}\text{Pt}_5$ なる組成と積層構造の下地膜と磁性膜を有する磁気記録媒体の規格化媒体ノイズ (N_m/V) の酸素暴露量依存性を示す図である。

【図 15】 図 15 は本発明に係る磁気記録媒体の第 2 の実施例における磁性膜の結晶粒径の酸素暴露量 1.5 L の場合の Co 含有量依存性を示すもので、図 15 (a) は Co 含有量 0 の場合の金属組織写真、図 15 (b) は Co 含有量 30 ppm の場合の金属組織写真である。

【図 16】 図 16 は本発明に係る磁気記録媒体の第 2 の実施例における磁性膜の結晶粒径の酸素暴露量 1.5 L の場合の Co 含有量依存性を示すもので、図 16 (a) は Co 含有量 100 ppm の場合の金属組織写真、図 16 (b) は Co 含有量 300 ppm の場合の金属組織写真である。

【図 17】 図 17 は、第 2 の実施例の基板表面への酸素暴露量を 1.5 L とし、基板表面の被覆膜に含有される Co 含有量を変化させたときの X 線回折パターンを示す。

【図 18】 図 18 は UC-Process を用いて酸素暴露量 1.5 L、被覆膜中 Co 含有量 0 にて作製した第 2 の実施例の $\text{Cr}/\text{CoNi}_{12.5}\text{Cr}_{15}\text{Ta}_{3.5}\text{Pt}_5$ なる積層構造における磁性膜の強磁性結晶粒径の個数分布を示す図である。

【図 19】 図 19 は UC-Process を用いて酸素暴露量 1.5 L、被覆膜中の Co 含有量 100 ppm にて作製した第 2 の実施例の $\text{Cr}/\text{CoNi}_{12.5}\text{Cr}_{15}\text{Ta}_{3.5}\text{Pt}_5$ なる積層構造における磁性膜の強磁性結晶粒径の個数分布を示す図である。

【図 20】 図 20 は UC-Process を用いて酸素暴露量 1.5 L、被覆膜中の Co 含有量、0、30、100、300 ppm にて作製した第 2 の実施例の $\text{Cr}/\text{CoNi}_{12.5}\text{Cr}_{15}\text{Ta}_{3.5}\text{Pt}_5$ なる積層構造における磁性膜の強磁性結晶粒径の粒度分布を示す図である。

【図 21】 図 21 は、第 2 の実施例の Ni-P-Co 膜を有する基板表面の逆スパッタを行った直後、かつ下地 Cr 膜を成膜する直前に、各 Co 添加重（0、30、100、300 ppm）の基板表面を酸素で暴露した、 $\text{Cr}/\text{CoNi}_{12.5}\text{Cr}_{15}\text{Ta}_{3.5}\text{Pt}_5$ なる組成と積層構造の下地膜と磁性膜を有する磁気記録媒体における、保磁力の酸素吸着量依存性を示す。

【図 22】 図 22 は、第 2 の実施例において逆スパッタを行った直後、かつ下地 Cr 膜を成膜する直前に、各 Co 添加重（0、30、100、300 ppm）の基板表面を酸素で 1.5 L、3.5 L 暴露した、 $\text{Cr}/\text{CoNi}_{12.5}\text{Cr}_{15}\text{Ta}_{3.5}\text{Pt}_5$ なる組成と積層構造の下地膜と磁性膜を有する磁気記録媒体における、300 K での保磁力の基板への Co 添加重依存性を示す図である。

【図 23】 図 23 は、第 2 の実施例において基板表面の逆スパッタを行った直後、かつ下地 Cr 膜を成膜する直前に、各 Co 添加量（0、30、100、300 ppm）の基板表面を酸素で 1.5 L、3.5 L 暴露した、 $\text{Cr}/\text{CoNi}_{12.5}\text{Cr}_{15}\text{Ta}_{3.5}\text{Pt}_5$ なる組成と積層構造の下地膜と磁性膜を有する磁気記録媒体における、5 K、300 K での保磁力の基板への Co 添加重依存性を示す図である。

【図 24】 図 24 は、第 2 の実施例の磁気記録媒体の磁気記録媒体における信号対雑音比（ S/N_m ）を、基板の種類（Co 添加量：30、100、300 ppm）に対して示す図である。

【図 25】 図 25 は、第 2 の実施例の $\text{Cr}/\text{CoNi}_{12.5}\text{Cr}_{15}\text{Ta}_{3.5}\text{Pt}_5$ なる組成と積層構造の下地膜と磁性膜を有する磁気記録媒体の規格化媒体ノイズ（ N_m/V ）の Co 含有量依存性を示す図である。

【図 26】 図 26 は従来の一般的な磁気記録媒体の一例を示す斜視図。

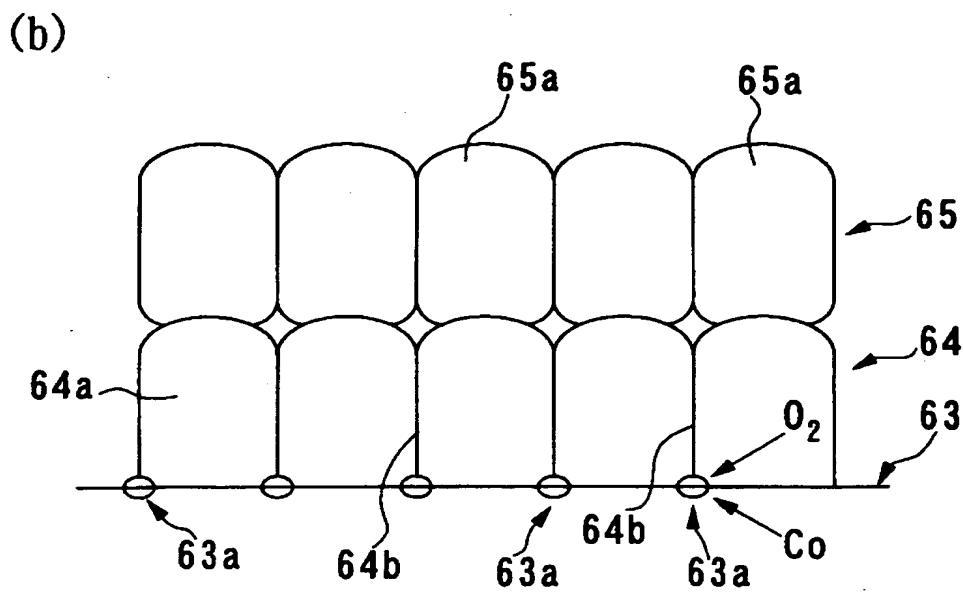
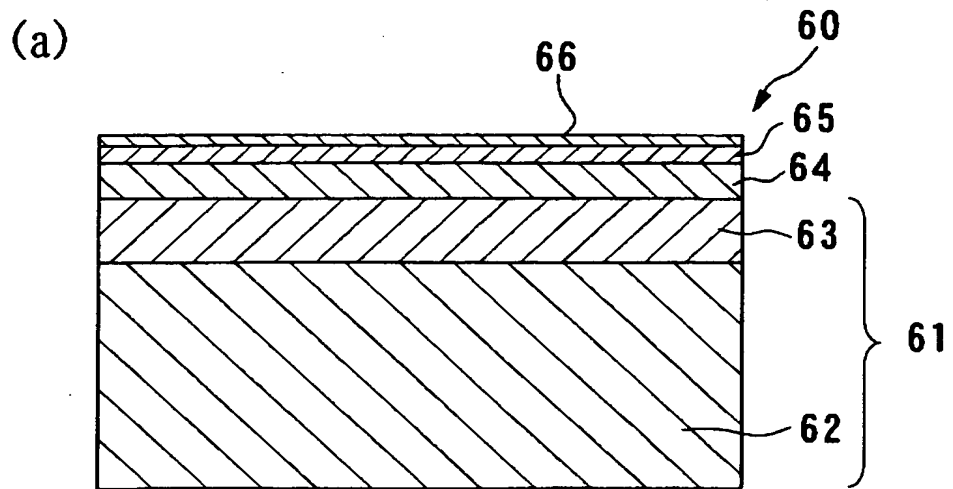
【図 27】 図 27 は図 26 の AA 線に沿う断面図である。

【符号の説明】

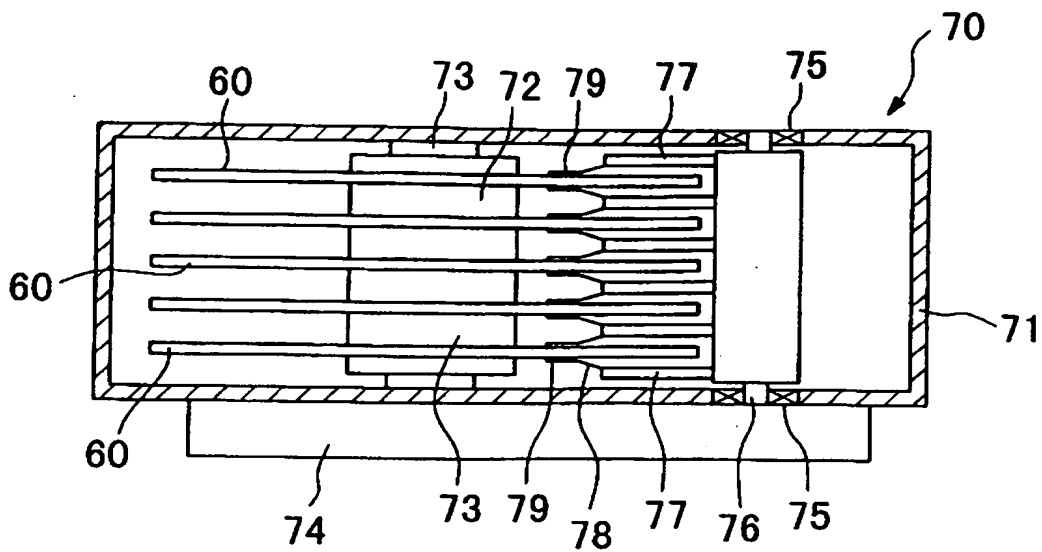
6 0 …磁気記録媒体、6 2 …基板、6 3 …被覆膜、6 3 a …吸着点、6 4 …下地膜、6 4 a …結晶粒、6 5 …磁性膜、6 6 …保護膜、7 0 …磁気記録装置、7 4 …駆動部、7 7 …スイングアーム（移動手段）、7 9 …磁気ヘッド。

【書類名】 図面

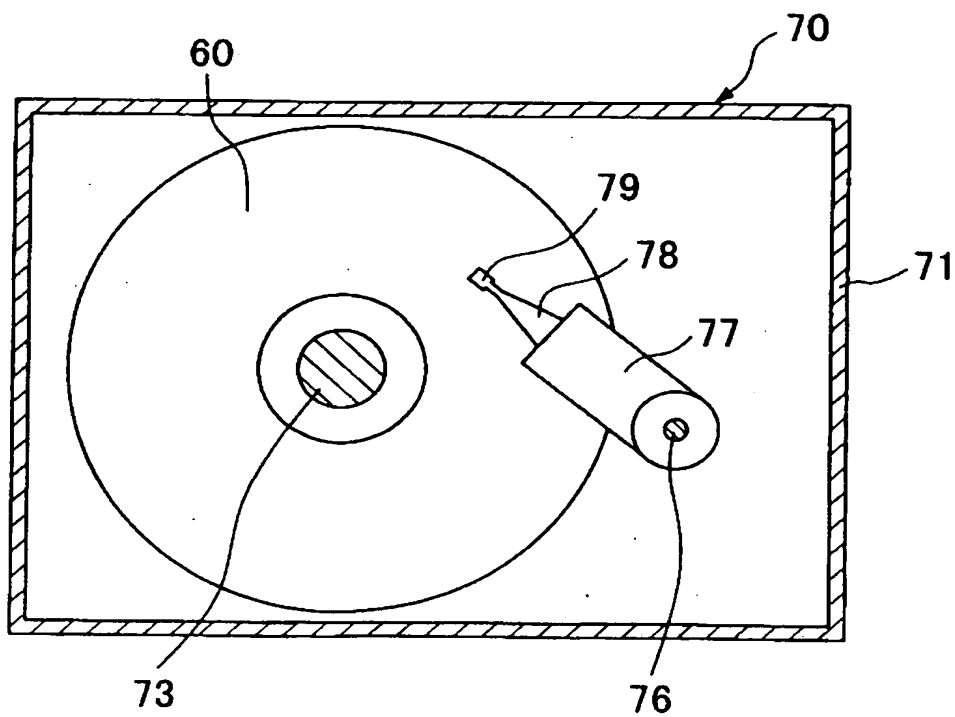
【図 1】



【図 2】



【図 3】



【図4】

(a) $\text{Cr/CoNi}_{12.5}\text{Cr}_{15}\text{Ta}_{3.5}\text{Pt}_5$: 5nm/15nm



O_2 : 0L

G. D. : 10.8nm

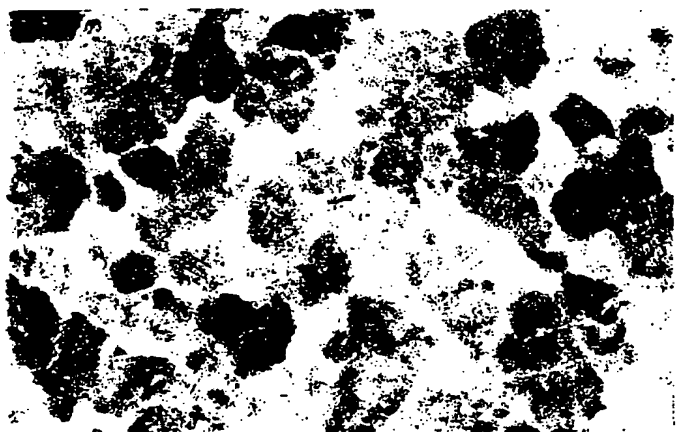
(b)



O_2 : 1.5L

G. D. : 9.8nm

(c)



O_2 : 3.5L

G. D. : 9.3nm

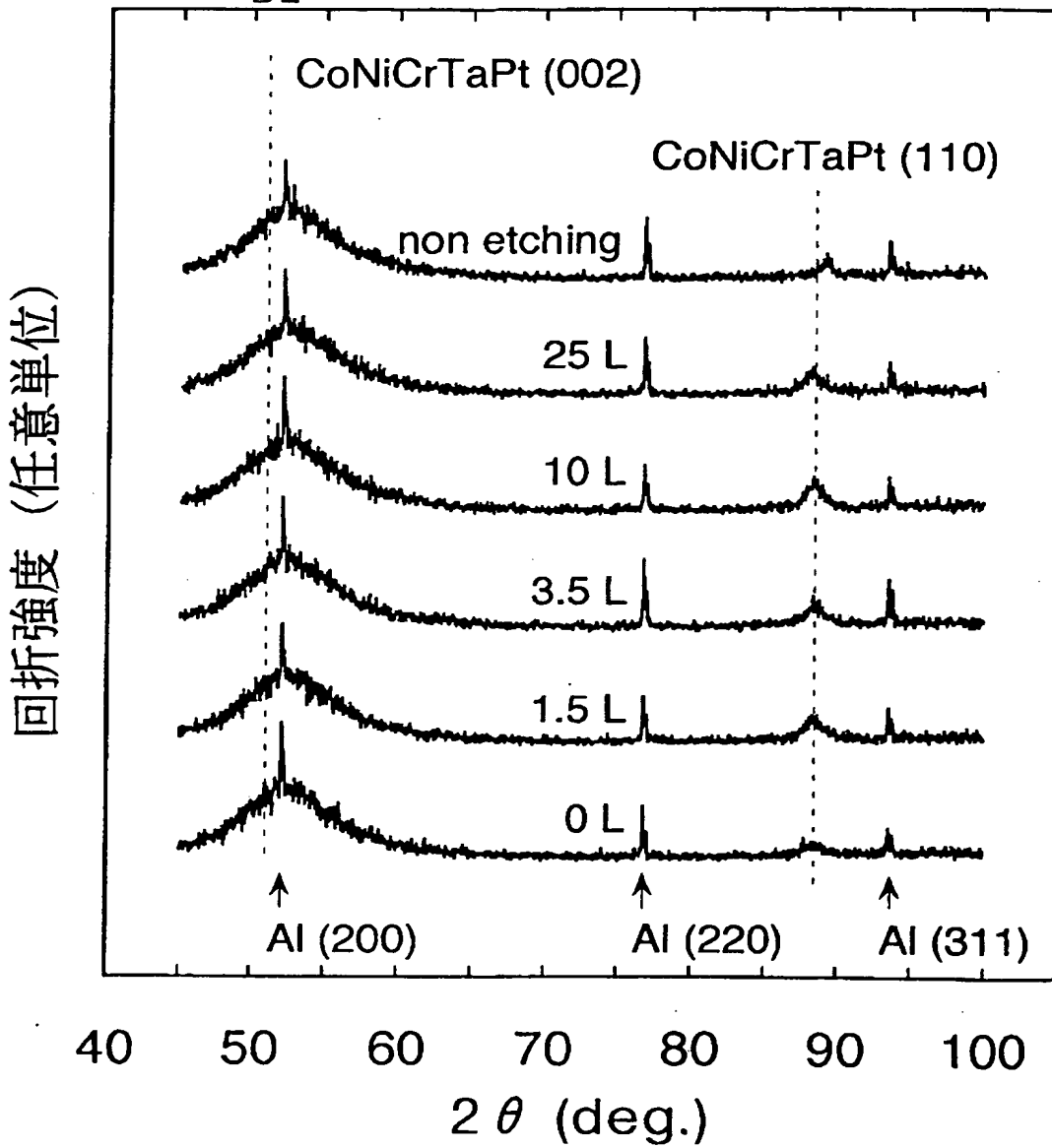
20 nm

【図 5】

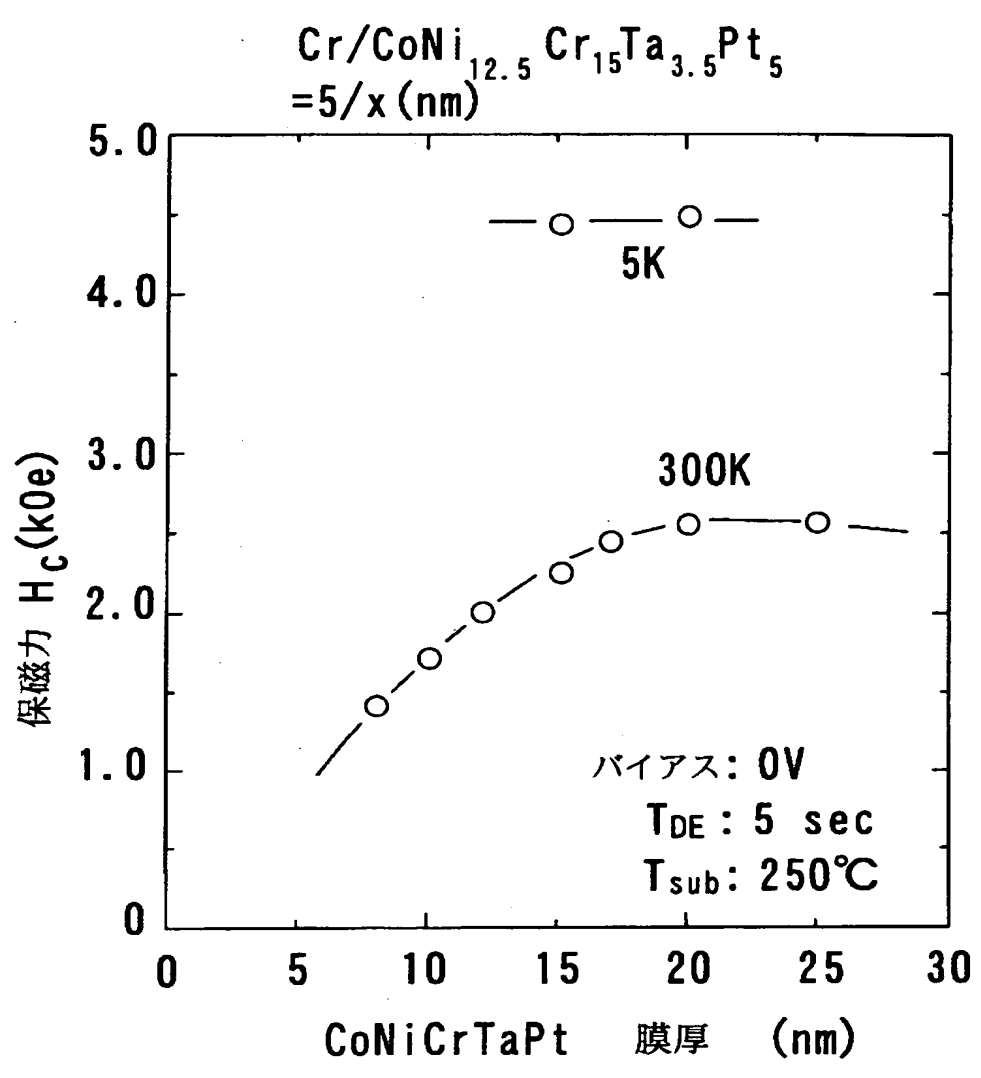
Al-sub. - Cr / $\text{CoNi}_{12.5}\text{Cr}_{15}\text{Ta}_{3.5}\text{Pt}_5$

= 5 / 30 nm, $T_{\text{sub.}} : 250^\circ\text{C}$

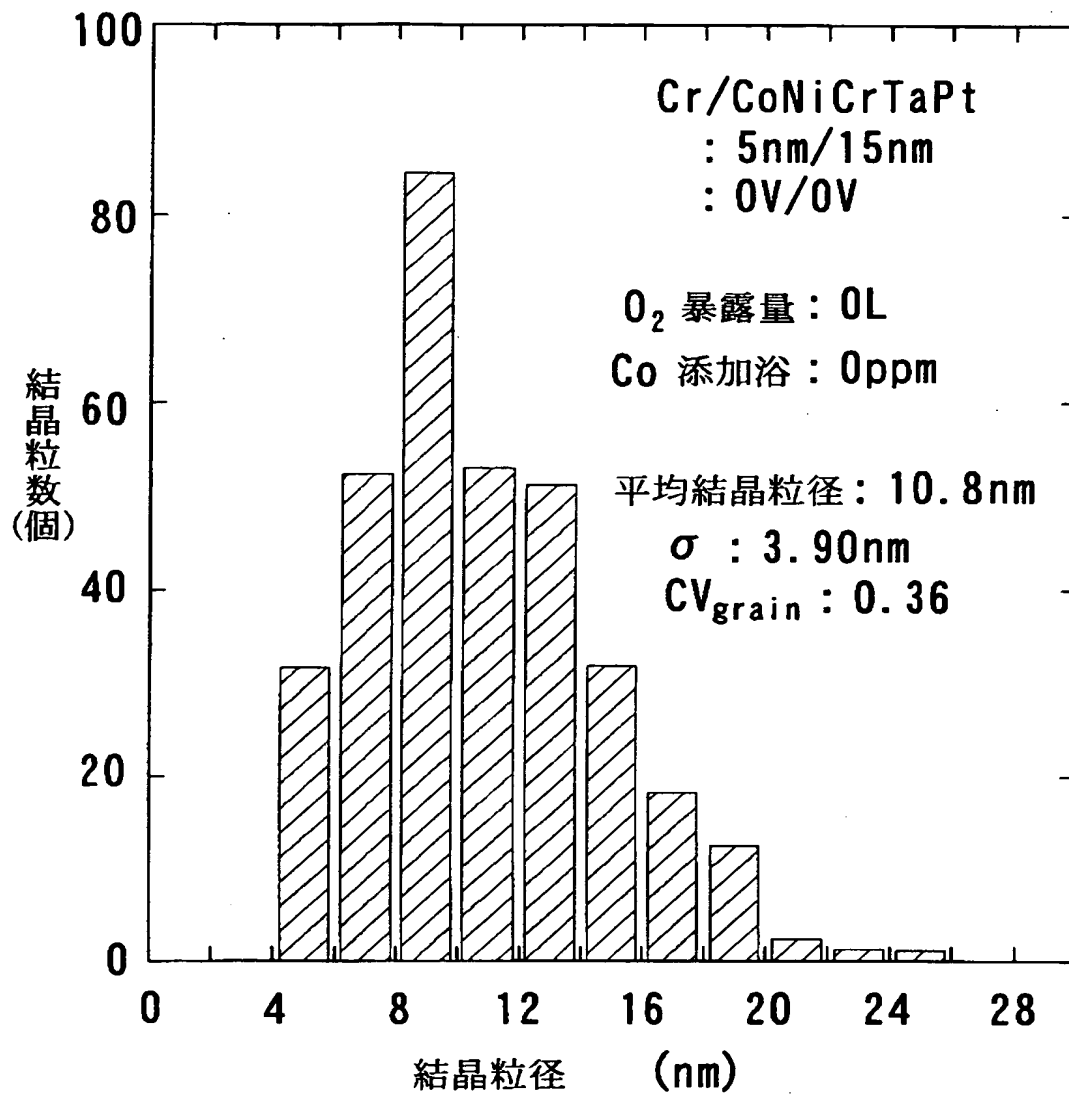
$T_{\text{DE}} : 5 \text{ sec}$ (直前 O_2 暴露)



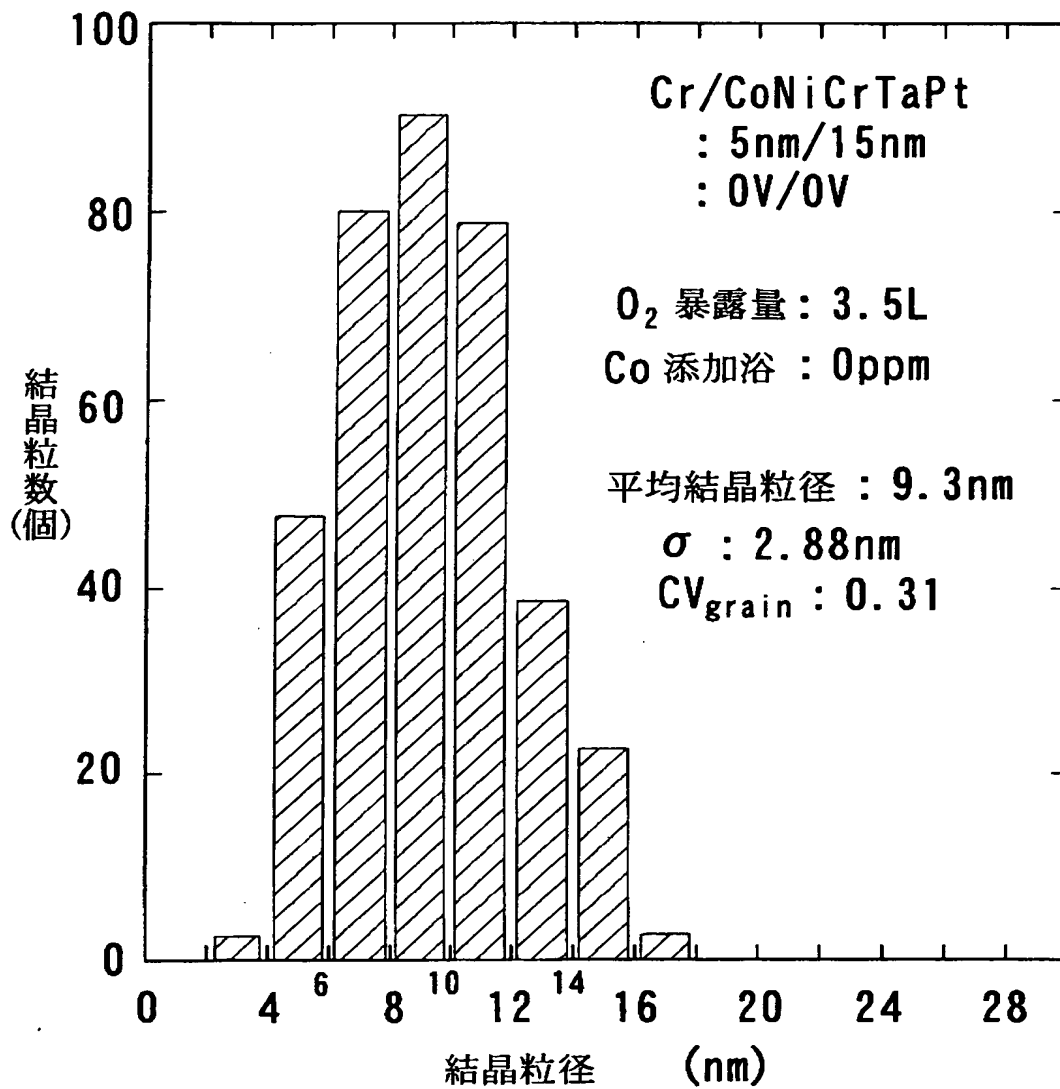
【図6】



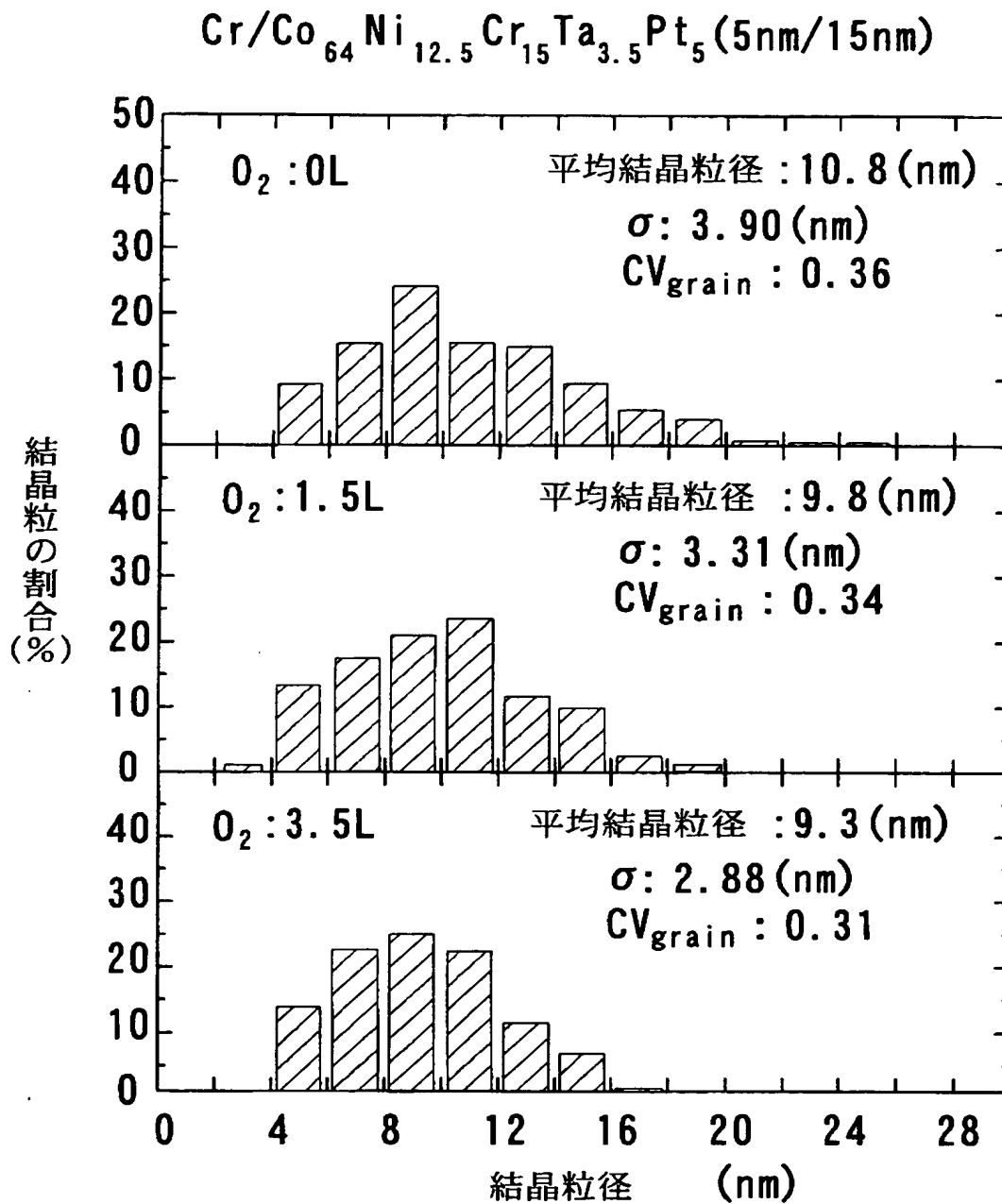
【図 7】



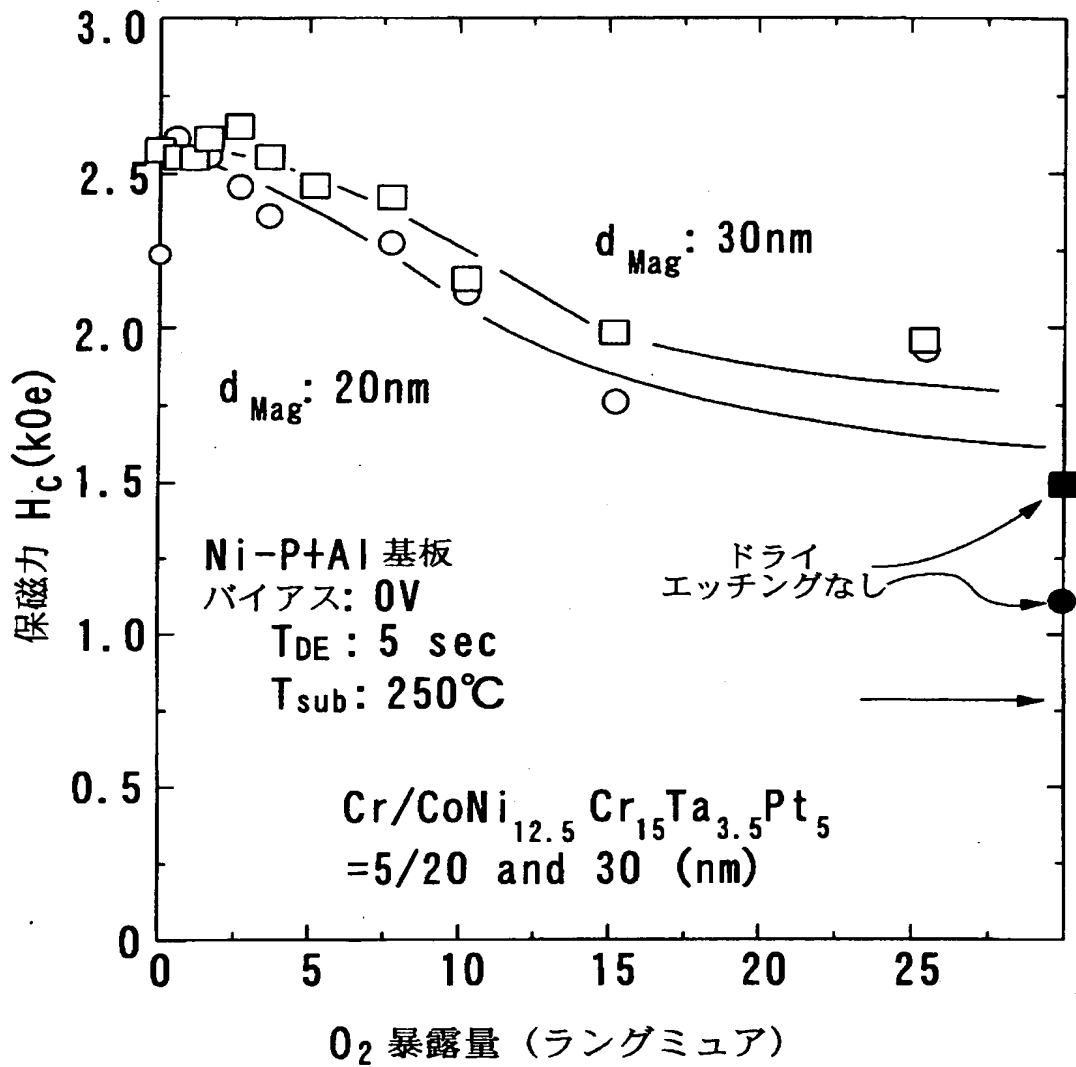
【図 8】



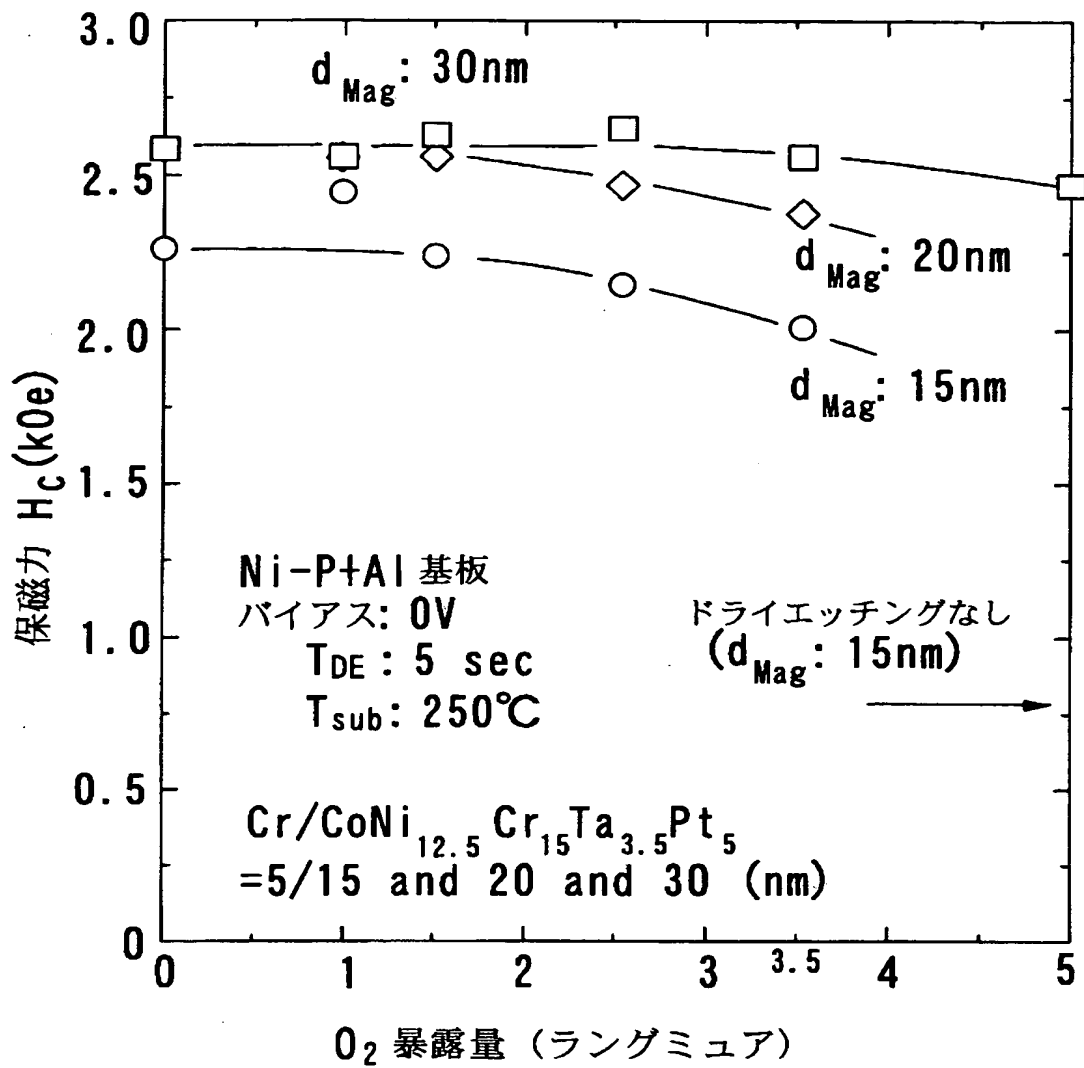
【図 9】



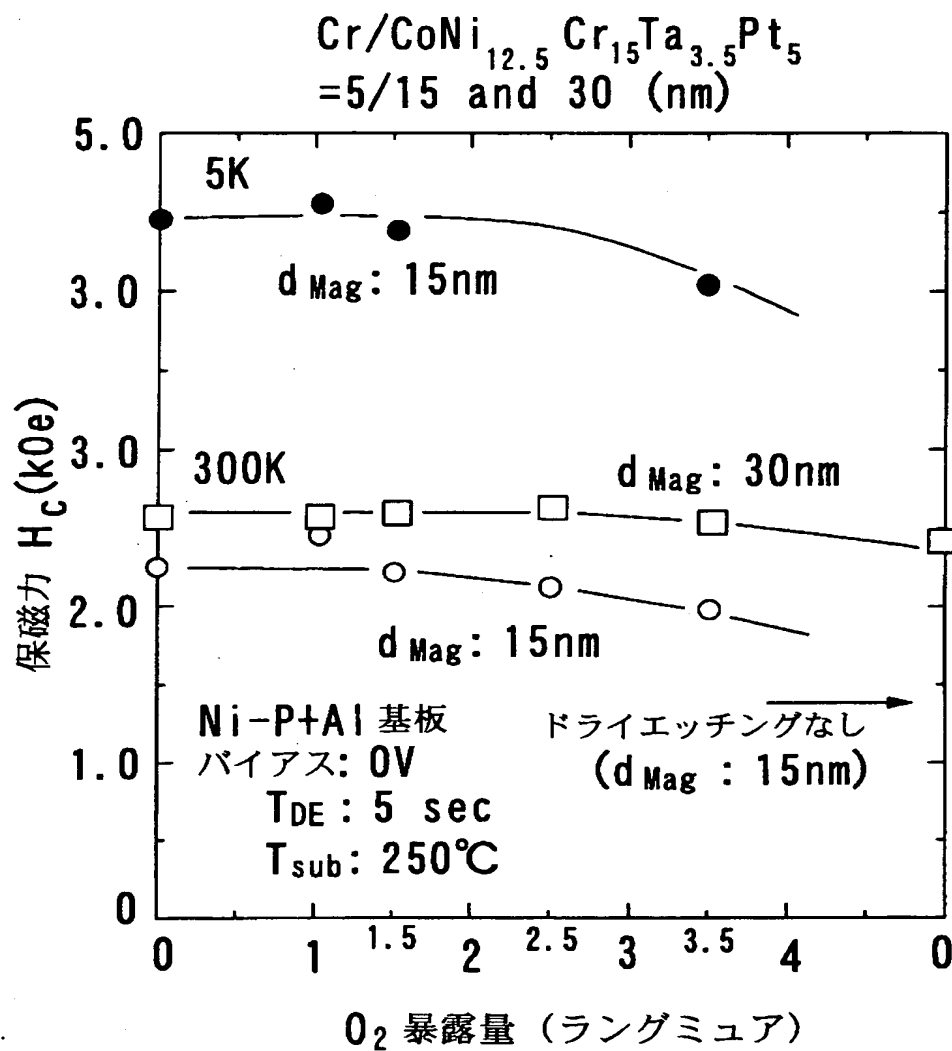
【図 10】



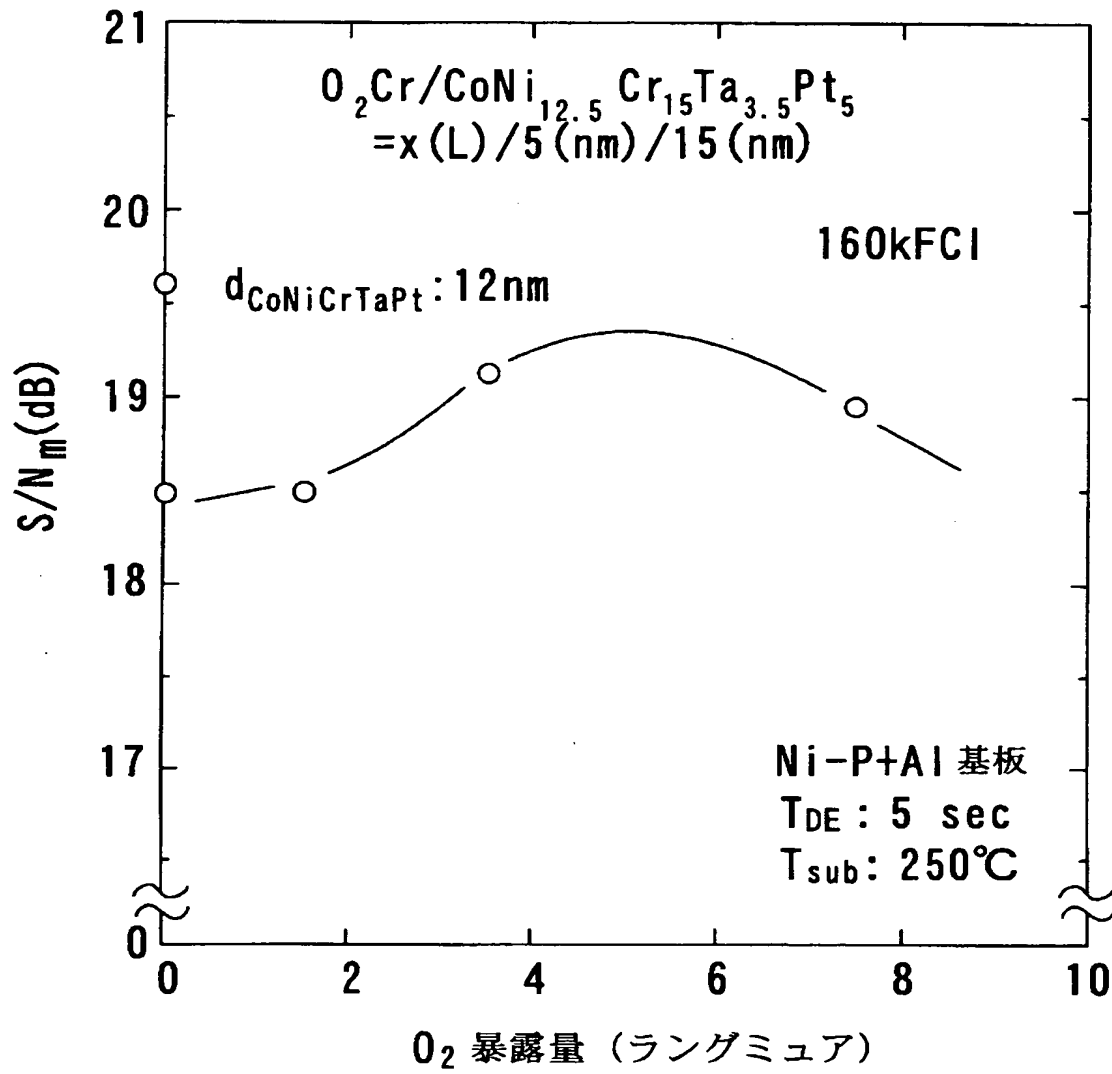
【図11】



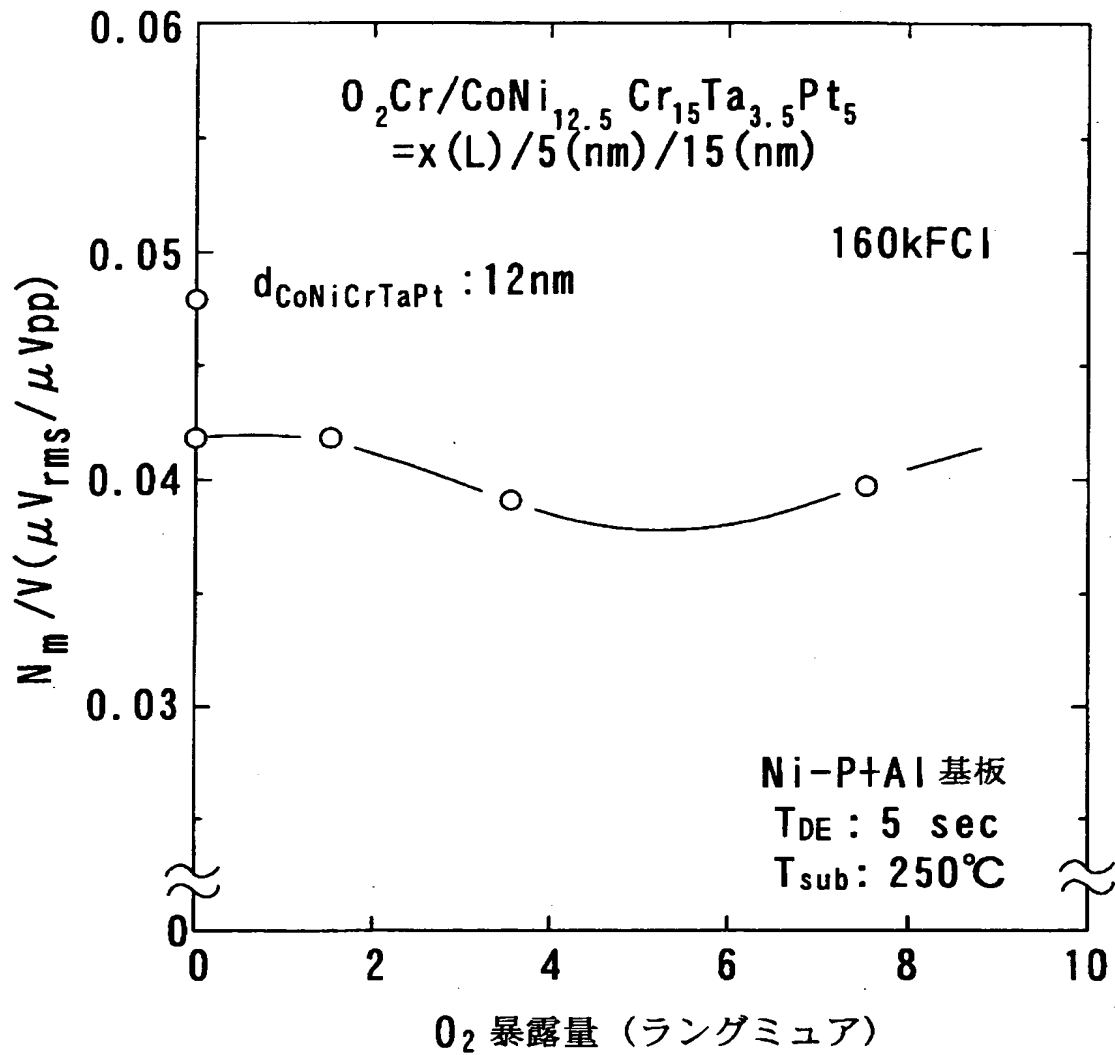
【図 12】



【図 13】



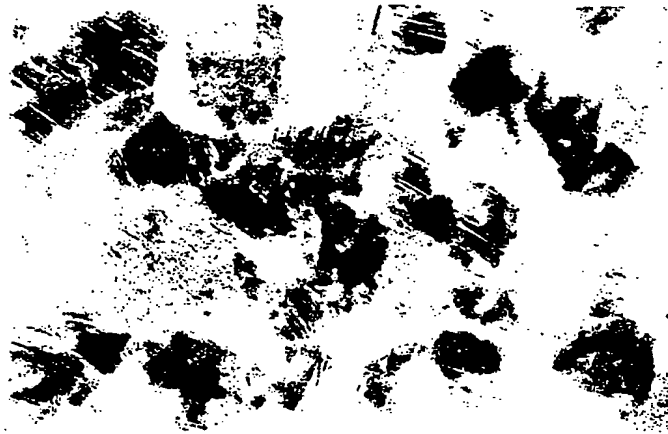
【図 14】



【図 15】

(a) $\text{Cr/CoNi}_{12.5}\text{Cr}_{15}\text{Ta}_{3.5}\text{Pt}_5$: 5nm/15nm

O_2 暴露量 : 1.5L

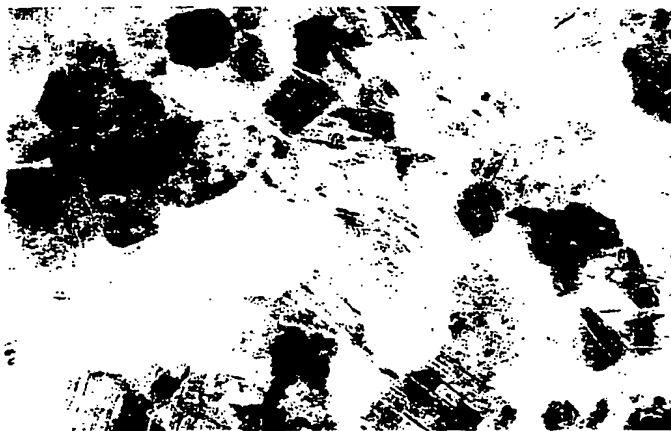


Co 含有量
: 0ppm

G.D. : 10.8nm

20 nm

(b)



Co 添加量
: 30ppm

Co 含有量
: 0.003 (wt. %)

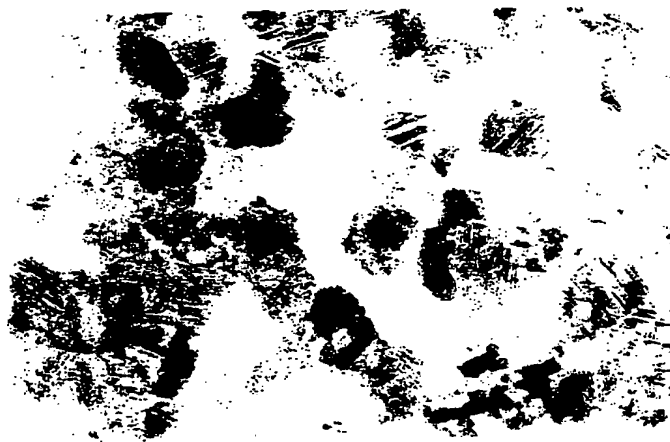
G.D. : 9.6nm

20 nm

【図 16】

(a) $\text{Cr/CoNi}_{12.5}\text{Cr}_{15}\text{Ta}_{3.5}\text{Pt}_5$: 5nm/15nm

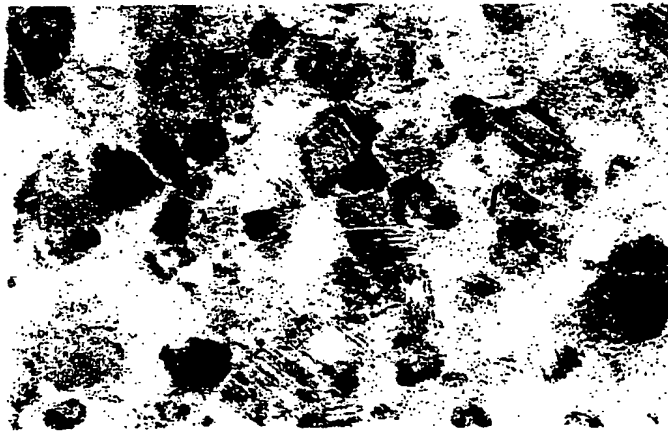
O_2 暴露量: 1.5L



20 nm

Co 含有量
: 100ppm
Co 含有量
: 0.04 (wt. %)
G. D. : 8.8nm

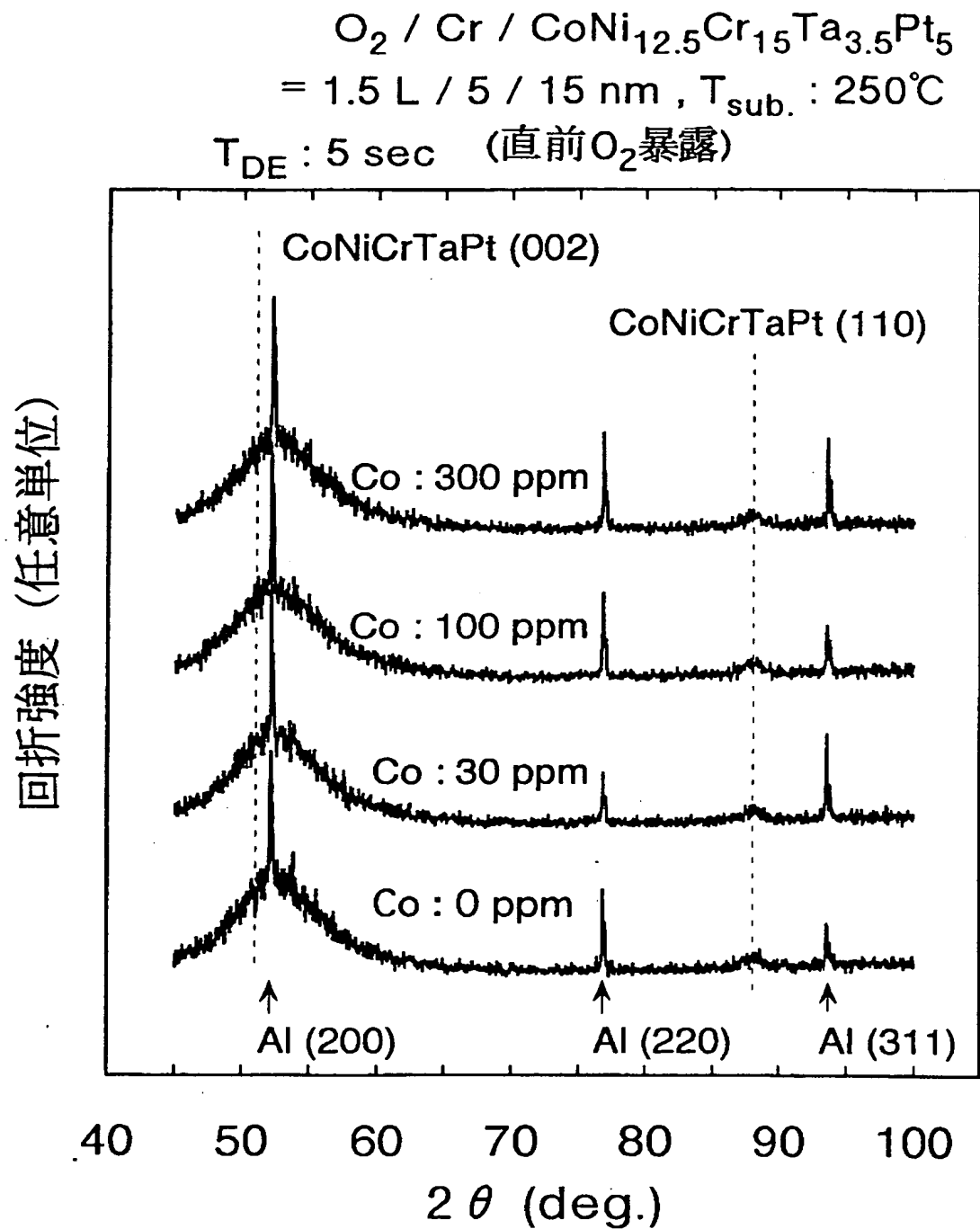
(b)



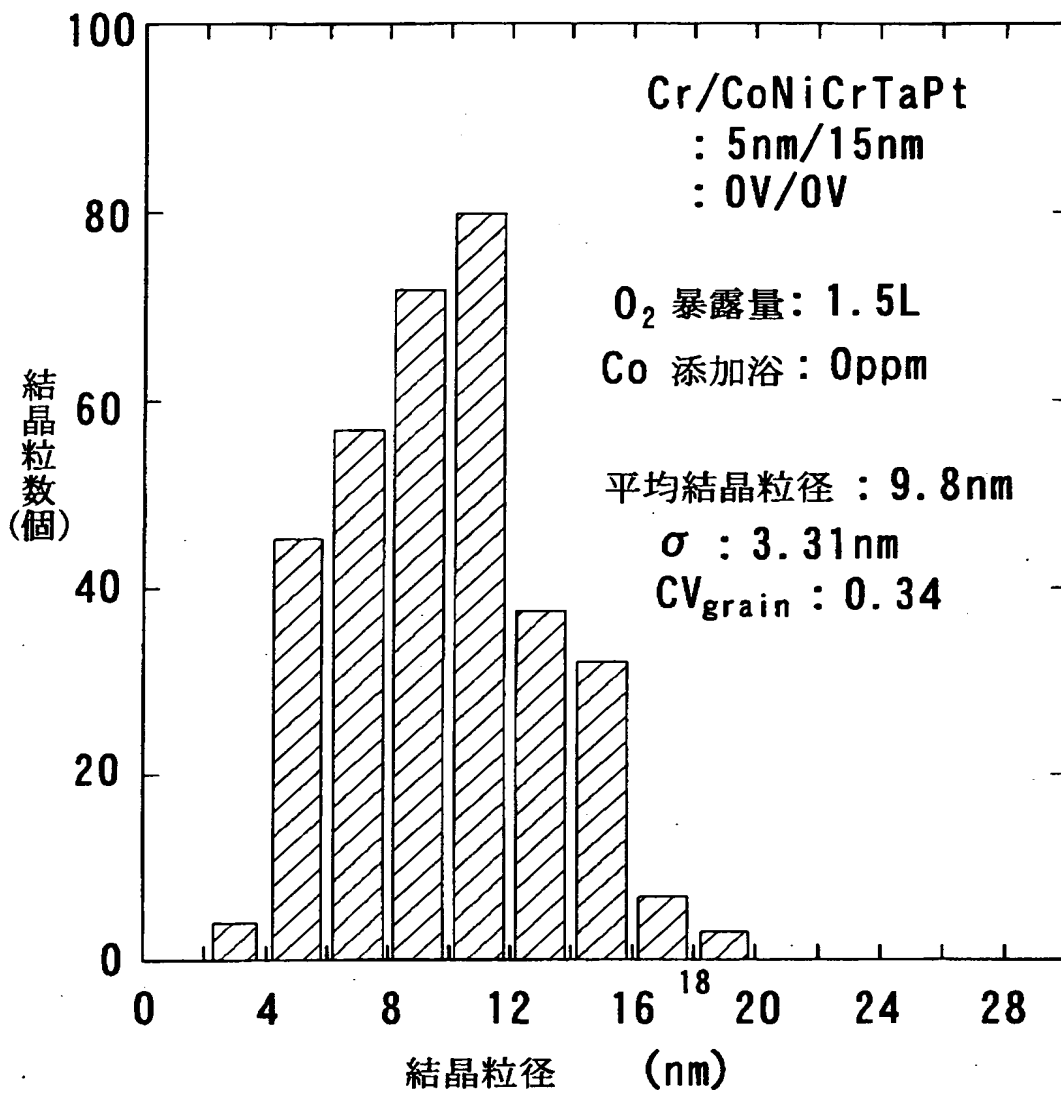
20 nm

Co 添加溶
: 300ppm
Co 含有量
: 0.13 (wt. %)
G. D. : 8.6nm

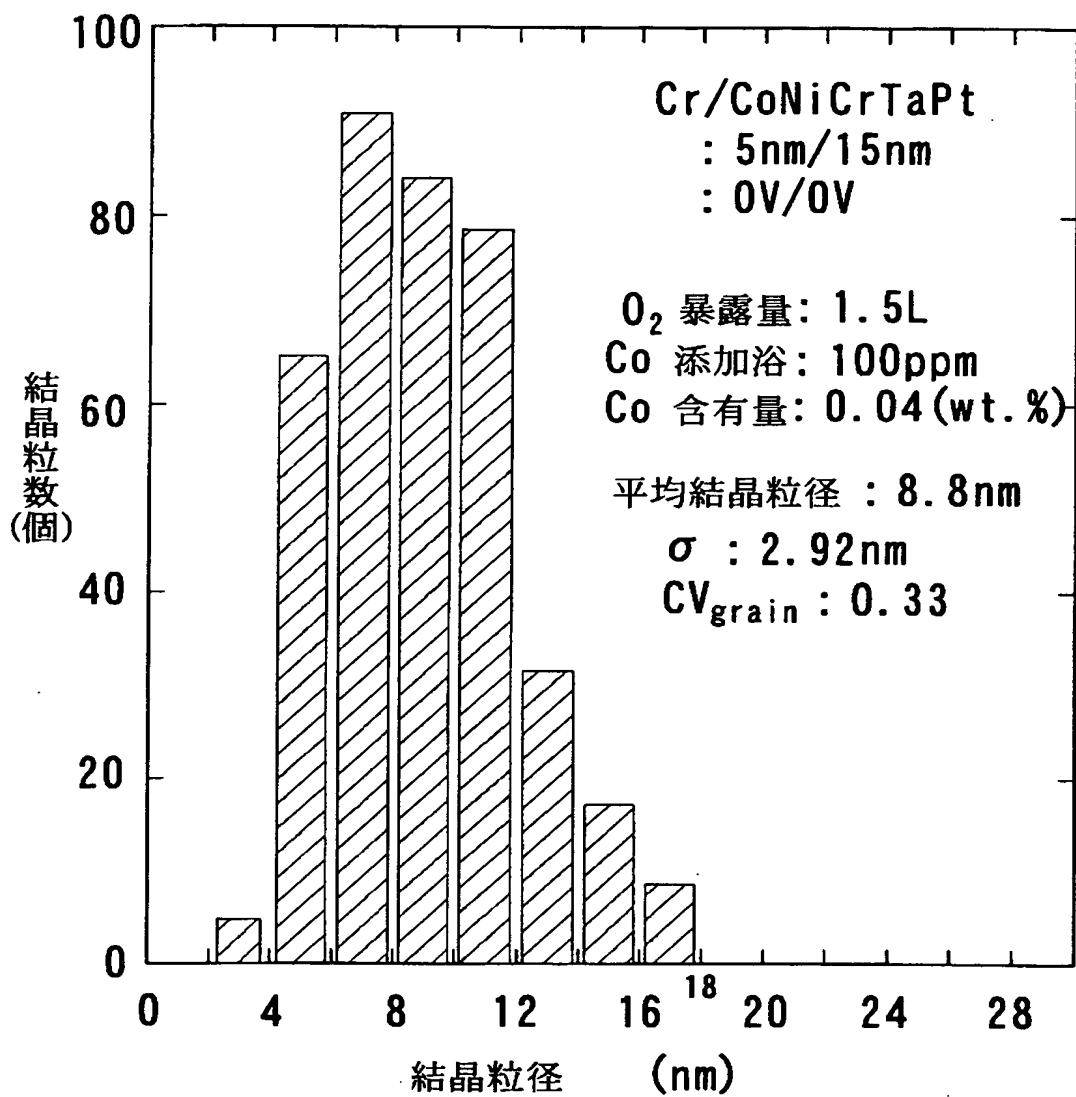
【图 17】



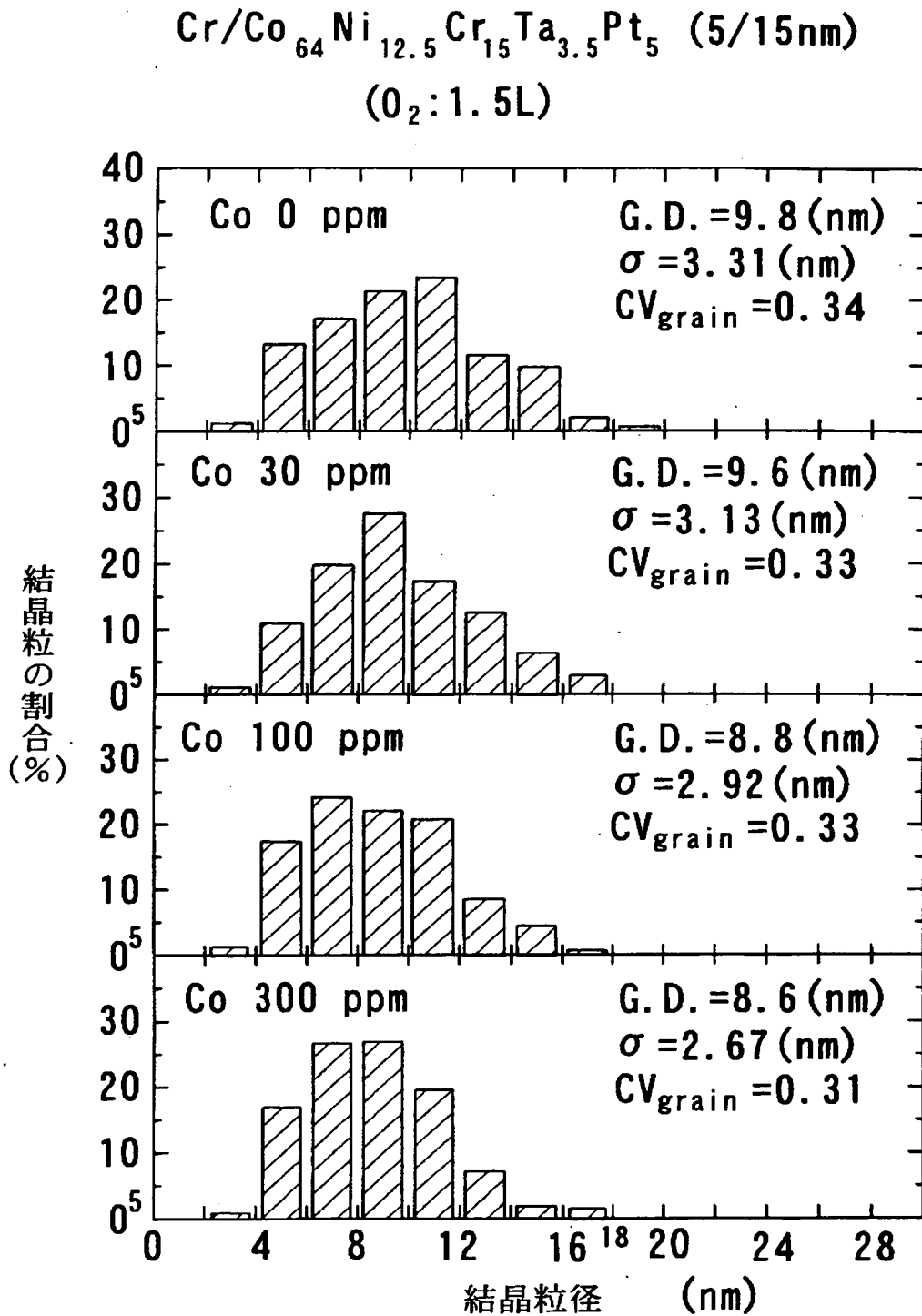
【図 1 8】



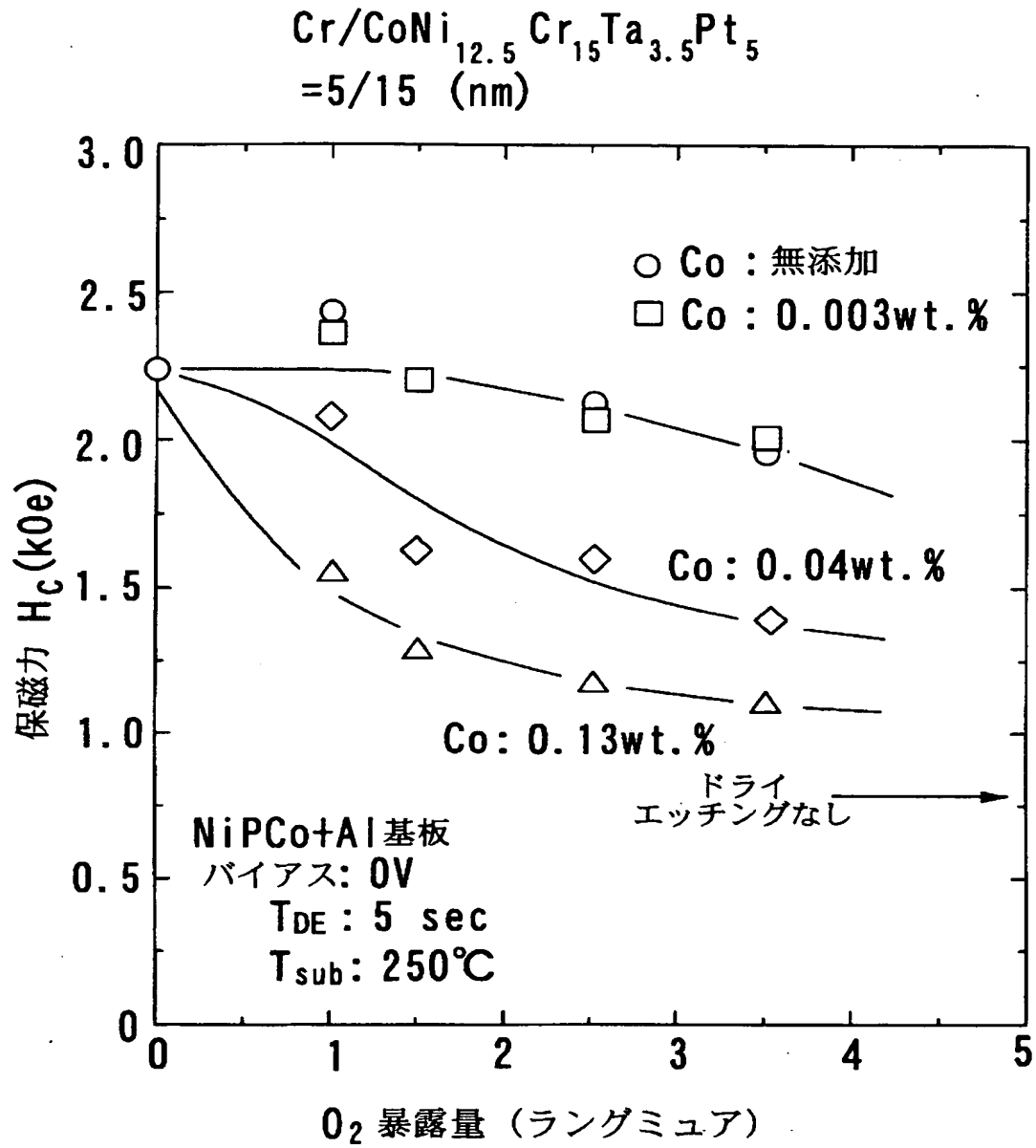
【図 1 9】



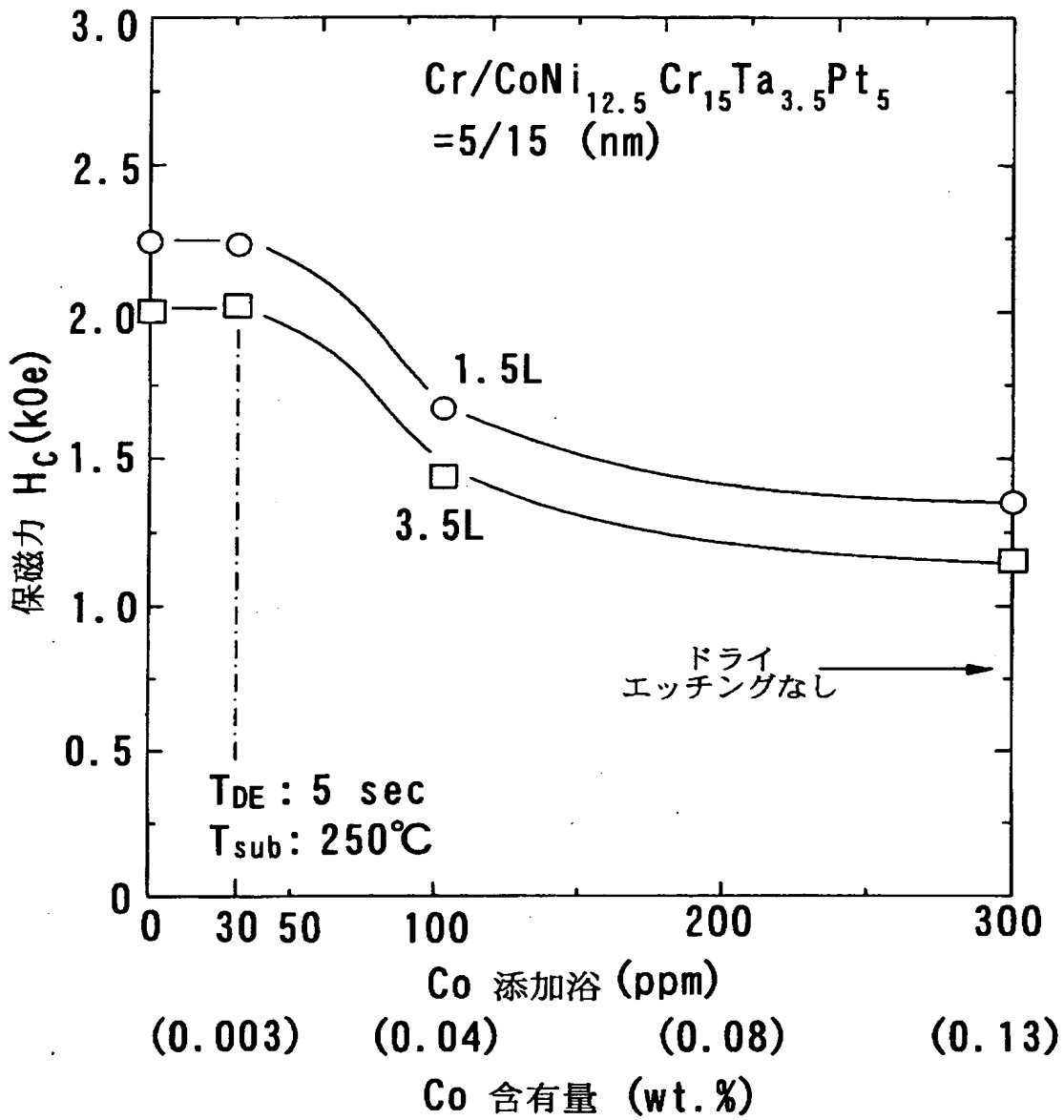
【図 20】



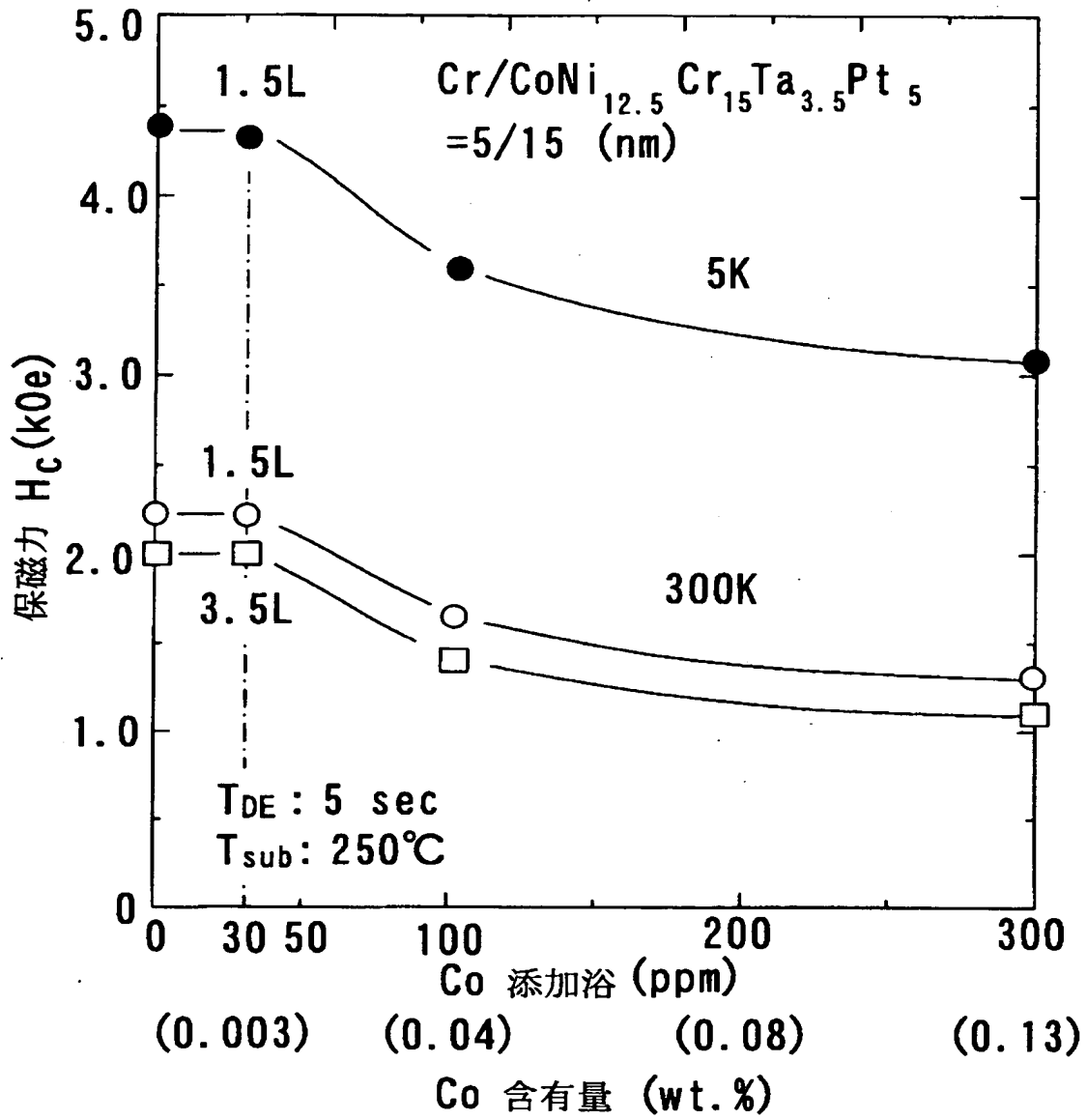
【図 21】



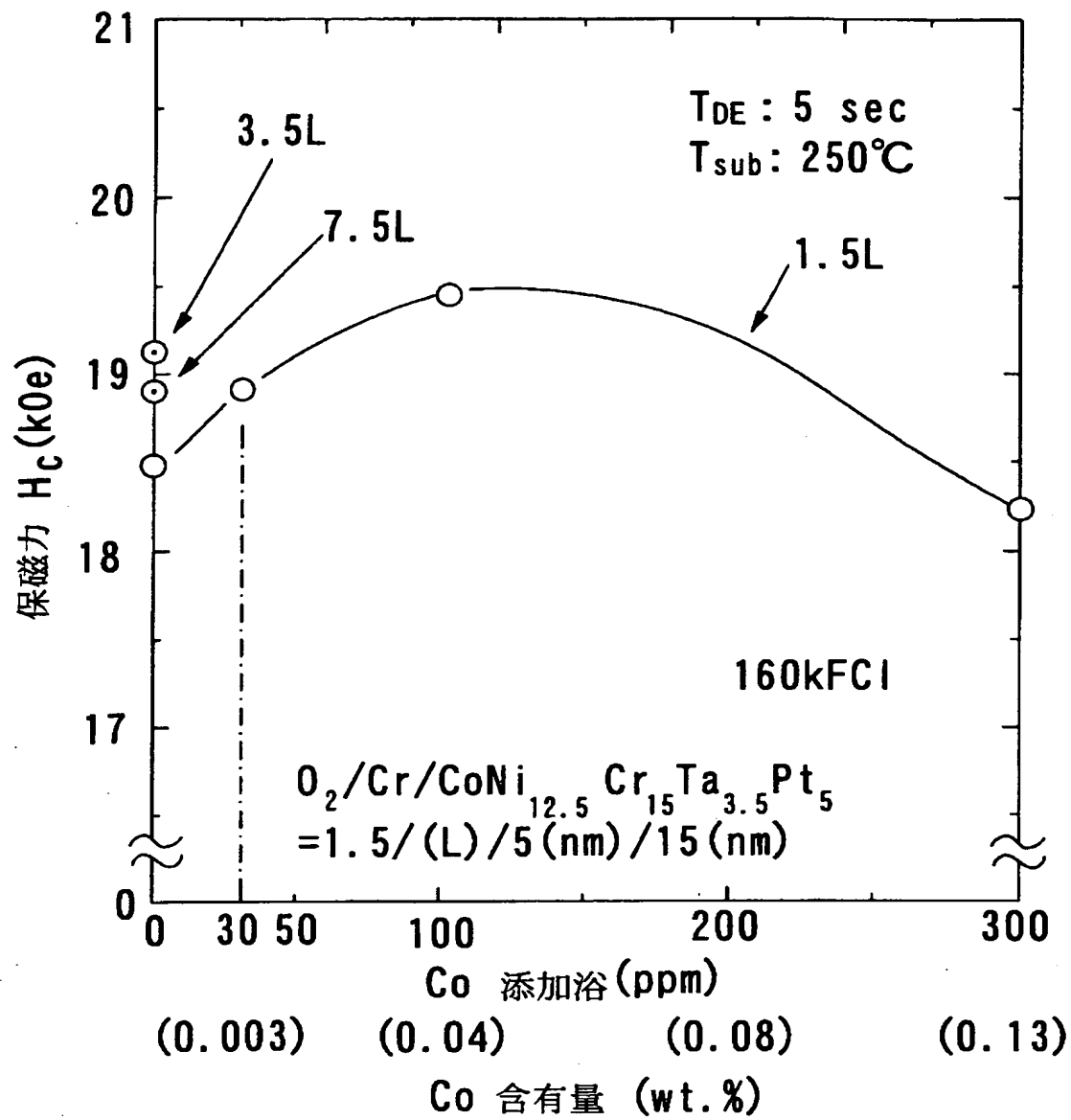
【図 2 2】



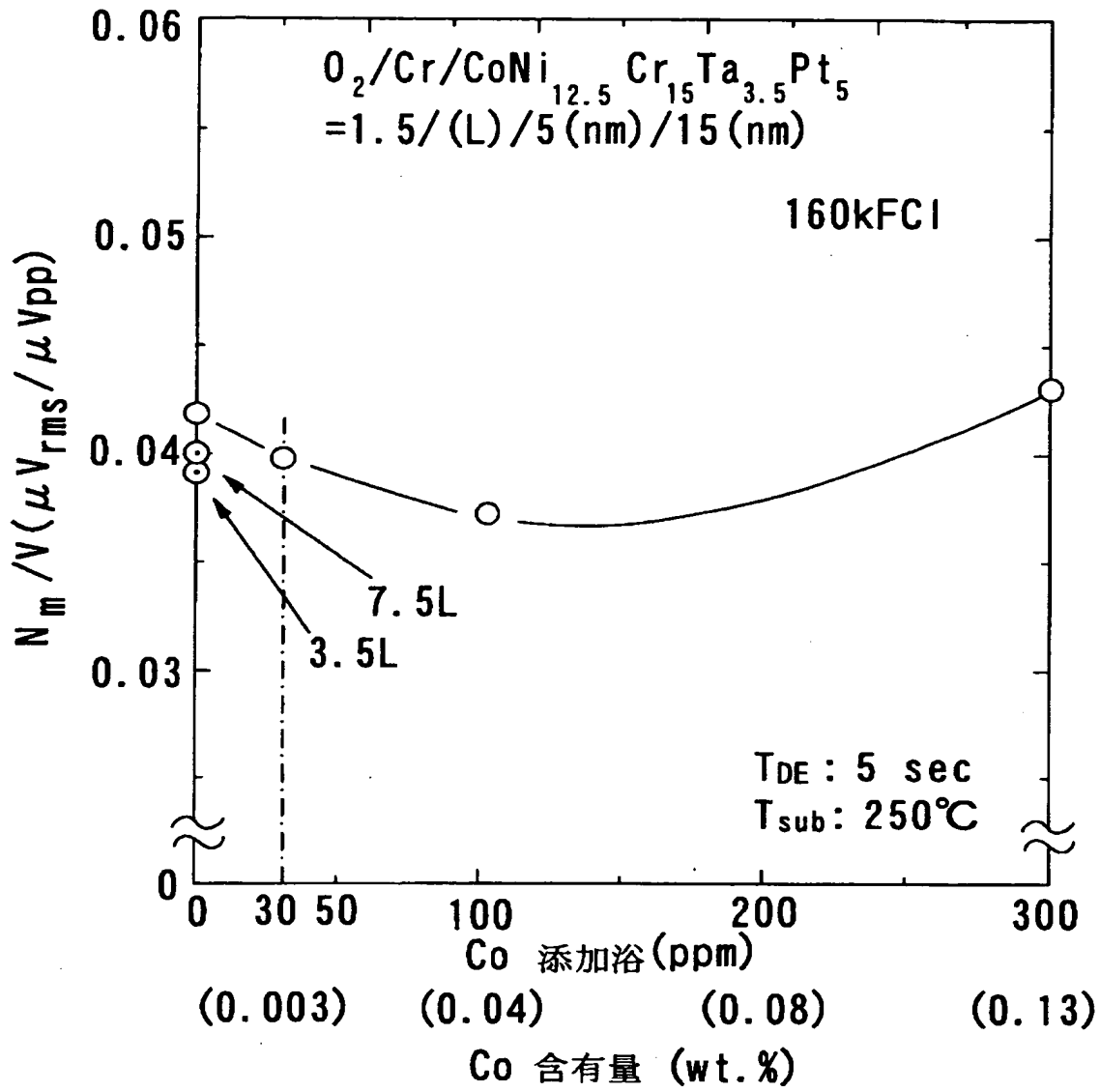
【図 23】



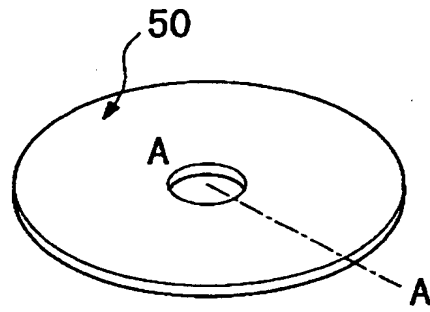
【図 24】



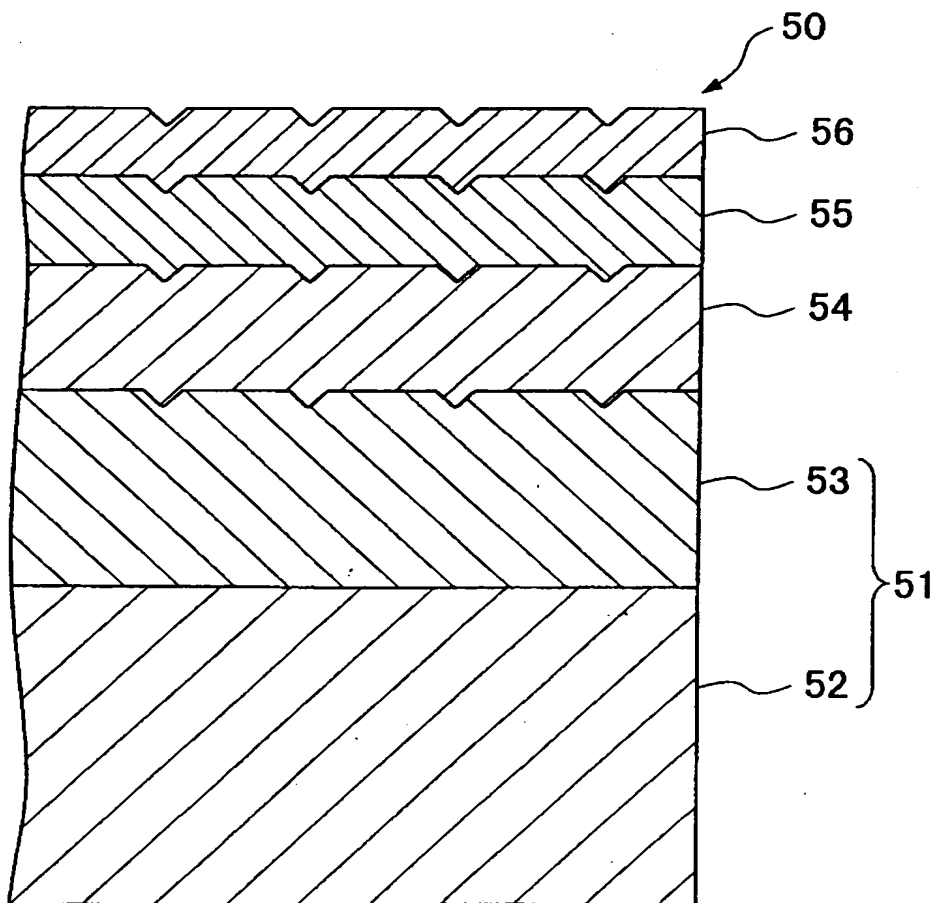
【図 25】



【図 26】



【図 27】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 本発明は、磁気特性に優れ、強磁性結晶粒径の小さな磁性層を有する低ノイズ構成とすることが可能な基板と磁気記録媒体とその製造方法と磁気記録装置の提供を目的とする。

【解決手段】 本発明は、非磁性基板 6 2 が N i と共析可能で酸素と親和力の高い金属を含む非磁性の被覆膜 6 3 で被覆されてなることを特徴とする。更に、記非磁性基板 6 2 が、C o、W、F e、V、C r、M n、C u、Z n、M o、P d、S n、R eの中から選択される 1 種または 2 種以上を含有する非磁性の被覆膜 6 3 で被覆されてなることが好ましい。更に、前記非磁性基板 6 2 が、下地膜 6 4 と磁性膜 6 5 と保護膜 6 6 とが被覆されるものであり、磁気ヘッド 7 9 が対向状態で浮上走行されるものであることが好ましい。

【選択図】 図 1

認定・付加情報

特許出願の番号	平成11年 特許願 第153105号
受付番号	59900508914
書類名	特許願
担当官	第八担当上席 0097
作成日	平成11年 6月 2日

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】

【識別番号】	592259129
【住所又は居所】	宮城県仙台市太白区人來田2丁目20-2
【氏名又は名称】	高橋 研

【代理人】

【識別番号】	申請人
【識別番号】	100064908
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビル 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】	志賀 正武

【選任した代理人】

【識別番号】	100108578
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビル 志賀国際特許事務所

【氏名又は名称】	高橋 詔男
----------	-------

【選任した代理人】

【識別番号】	100089037
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビル 志賀国際特許事務所

【氏名又は名称】	渡邊 隆
----------	------

【選任した代理人】

【識別番号】	100101465
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビル 志賀国際特許事務所

【氏名又は名称】	青山 正和
----------	-------

【選任した代理人】

【識別番号】	100094400
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビル 志賀国際特許事務所

次頁有

認定・付加情報（続き）

【氏名又は名称】	鈴木 三義
【選任した代理人】	
【識別番号】	100106493
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場 3 丁目 2 3 番 3 号 O R ビ ル 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】	松富 豊
【選任した代理人】	
【識別番号】	100107836
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場 3 丁目 2 3 番 3 号 O R ビ ル 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】	西 和哉
【選任した代理人】	
【識別番号】	100108453
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場 3 丁目 2 3 番 3 号 O R ビ ル 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】	村山 靖彦
【選任した代理人】	
【識別番号】	100100077
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場 3 丁目 2 3 番 3 号 O R ビ ル 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】	大場 充

次頁無

【書類名】 手続補正書

【提出日】 平成12年 4月13日

【あて先】 特許庁長官 殿

【事件の表示】

【出願番号】 平成11年特許願第153105号

【補正をする者】

【識別番号】 592259129

【氏名又は名称】 高橋 研

【代理人】

【識別番号】 100064908

【弁理士】

【氏名又は名称】 志賀 正武

【手続補正 1】

【補正対象書類名】 特許願

【補正対象項目名】 提出物件の目録

【補正方法】 追加

【補正の内容】

【提出物件の目録】

【包括委任状番号】 0004285

【プルーフの要否】 要

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [592259129]

1. 変更年月日 1992年12月16日

[変更理由] 新規登録

住 所 宮城県仙台市太白区人來田2丁目20-2

氏 名 高橋 研